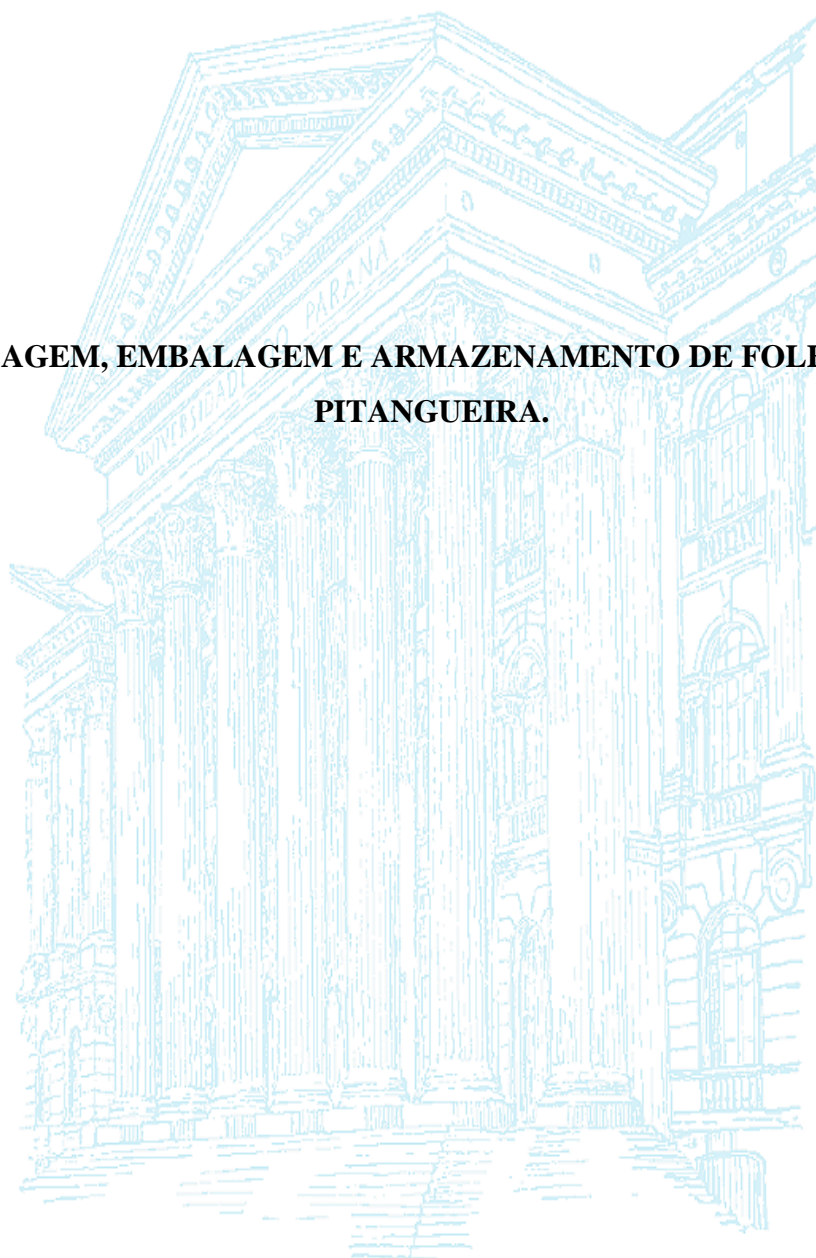


**ANA LUCIA ALVES DE ASSIS**

**SECAGEM, EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO DE FOLHAS DE  
PITANGUEIRA.**



**CURITIBA**

**2012**

**ANA LUCIA ALVES DE ASSIS**

**SECAGEM, EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO DE FOLHAS DE  
PITANGUEIRA.**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Agronomia, Área de concentração em Produção Vegetal, Departamento de Fitotecnia e Fitossanitarismo. Setor de Ciências Agrárias. Universidade Federal do Paraná, como parte das exigências para obtenção do título de Mestre em Ciências.

Orientador: Prof.º Dr. Cícero Deschamps.  
Co-orientadores: Profª Drª Francine L. Cuquel;  
Dr. Cirino Corrêa Junior.

**CURITIBA**

**2012**



UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARANÁ  
SETOR DE CIÊNCIAS AGRÁRIAS  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM  
AGRONOMIA - PRODUÇÃO VEGETAL



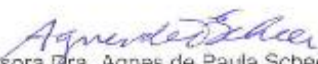
## PARECER


Os membros da Banca Examinadora designada pelo Colegiado do Programa de Pós-Graduação em Agronomia - Produção Vegetal, reuniram-se para realizar a arguição da Dissertação de MESTRADO, apresentada pela candidata **ANA LUCIA ALVES DE ASSIS**, sob o título **"SECAGEM, EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO DE FOLHAS DE PITANGUEIRA"**, para obtenção do grau de Mestre em Ciências do Programa de Pós-Graduação em Agronomia - Produção Vegetal do Setor de Ciências Agrárias da Universidade Federal do Paraná.

Após haver analisado o referido trabalho e arguido a candidata são de parecer pela **"APROVAÇÃO"** da Dissertação.

Curitiba, 05 de Dezembro de 2012.

  
Professora Dra. Louise Larissa May De Mio  
Coordenadora do Programa

  
Professora Dra. Agnes de Paula Scheer  
Primeira Examinadora

  
Dr. Cirino Corrêa Junior  
Segundo Examinador

  
Professor Dr. Luiz Antonio Biasi  
Terceiro Examinador

  
Professor Dr. Cicero Deschamps  
Presidente da Banca e Orientador

**Dedico**

Especialmente à minha mãe e aos mestres.

## AGRADECIMENTOS

Primeiramente à Deus pelo dom da vida, aos meus pais Mercedes e Aparecido (*in memoriam*), que sempre me incentivaram à estudar, ao meu noivo Anderson e à todos meus familiares.

Ao Professor Dr. Cícero Deschamps, meu orientador, pela oportunidade, confiança, por compartilhar seus preciosos conhecimentos, paciência e amizade.

À Professora Dr<sup>a</sup> Francine Lorena Cuquel pela dedicação como co-orientadora, conselhos e motivação durante a trajetória.

Ao Dr. Cirino Corrêa Junior da Emater - PR, co-orientador pelo auxílio técnico, atenção e disposição em viabilizar a implantação dos experimentos.

Ao Professor Dr. Luiz Antonio Biasi pela atenção e auxílio.

À Embrapa Agroindústria – RJ, em especial ao Dr. Humberto Bizzo pela execução das análises de cromatografia.

Aos colegas e amigos do grupo de estudo em pós-colheita: Roveda, Mariana, Grasiela, Marina, Francelize, Renata, Emily, Jéssica, Gustavo e Beбето, pela amizade e importantes contribuições no desenvolvimento deste trabalho.

À Universidade Federal do Paraná, ao Programa de Pós Graduação em Agronomia - Produção Vegetal, coordenadora Prof<sup>a</sup> Louise Larissa May De Mio pela oportunidade de tornar-me mestre. Aos funcionários, Gilnei, Lucimara, Maria Emília, Sr. Joel, Josélia e Marcia pelo auxílio e atendimento.

Aos mestres: Henrique Koehler, Átila Mórgor, José Luis C. Zambom, Katia C. Zuffellato - Ribas, Edilberto Possamai, Ida C. Pimentel e Tiago Baldissera, pelos ensinamentos.

A todos os colegas do programa, em especial: Marcelle, Eliseu, Rodrigo, Rafael, Eliane, pelo apoio e pelos momentos de alegria e descontração na sala de estudos.

Aos colegas do Laboratório de Ecofisiologia: Wanderlei, Lury, Raffaellen, Idimar, Walter, Carla, Fernanda, Felipe e Guilherme pelo auxílio prestado e pela amizade.

A todos que de alguma forma contribuíram no desenvolvimento deste trabalho, meu muito obrigada!

## RESUMO

As indústrias de cosméticos recentemente descobriram o potencial de espécies nativas na obtenção de óleos essenciais. Dentro das espécies potenciais destaca-se a *Eugenia uniflora*.L., nativa da mata atlântica, seu óleo essencial (OE) possui propriedades adstringentes, antioxidantes e aroma agradável, sendo utilizado para fabricação de sabonetes, desodorantes, perfumes, hidratantes e óleos corporais. Suas folhas são utilizadas na medicina popular para combater febres, diarreias e reumatismo. Por ser uma espécie semi-decídua, com colheita concentrada em uma época do ano faz-se necessário o armazenamento de suas folhas para atender a demanda da indústria, seja até o momento da obtenção de seu óleo essencial ou para comercialização em uso de chás. Objetivou-se avaliar a qualidade pós-colheita (secagem, armazenamento, coloração, teor e composição do óleo essencial) de folhas de pitangueira, submetidas a diferentes métodos e períodos de secagem, bem como o armazenamento por até seis meses em três tipos de embalagens. O experimento de secagem foi conduzido em Curitiba-PR em junho de 2012, sendo avaliada a secagem em ambiente e em duas temperaturas controladas de 45 °C e 65 °C, em secador com sistema de ventilação forçada durante seis períodos de secagem (0, 6, 24, 48, 72 e 96 horas). O experimento de armazenamento foi conduzido em Pinhais-PR entre novembro de 2011 e maio de 2012, sendo avaliados quatro períodos de armazenamento (0, 60, 120 e 180 dias) e 3 tipos de embalagens (saco de rafia de polietileno (70 g/m<sup>2</sup>), saco de polietileno transparente (10 micras) e saco de kraft<sup>®</sup> duplo (200 g/m<sup>2</sup>) + saco de polietileno transparente (10 micras). As embalagens de polietileno foram seladas e as de rafia e de kraft<sup>®</sup> duplo costuradas. A extração de OE foi por hidrodestilação realizada em Clevenger durante 4 horas. A coloração das folhas foi determinada por colorimetria e a composição do OE, por meio de cromatografia em fase gasosa, acoplada à espectrometria de massas. Os resultados indicaram que a secagem em 45 °C estabilizou os constituintes do OE e que em 65°C houve aumento do constituinte majoritário viridifloreno + curzereno. Após 60 dias de armazenamento, houve redução significativa no teor de OE. Entretanto, as embalagens utilizadas não afetaram o teor de OE, nem a coloração de folhas de pitangueira armazenadas. Os constituintes do OE de pitangueira se mantiveram nas embalagens de rafia de polietileno e também nas embalagens de kraft<sup>®</sup> duplo + polietileno por 180 dias.

**Palavras chave:** planta medicinal, aromática, *Eugenia uniflora* L., óleo essencial, coloração das folhas, pós-colheita.

## DRYING, PACKAGING AND STORAGE OF SURINAM CHERRY TREE LEAVES

### ABSTRACT

The cosmetic industries have recently discovered the potential of native plants by obtaining and studying their essential oils. Within these potent species the one that most stood out is known as the *Eugenia uniflora* L., Native to the rainforests of Brazil, it's essential oil (EO) has astringent, and antioxidant properties, a pleasant aroma and is used to manufacture soaps, deodorants, perfumes, moisturizers and body oils. Its leaves are used in herbal remedies to combat fevers, diarrhea and rheumatism. Being a semi-deciduous species with harvest only in a specific time of year it is necessary to store its leaves to meet the demand of the industry. The leaves are stored either until their essential oils are extracted or sold to make tea. This study aimed to evaluate the post-harvest quality (drying, storage, color, composition and yield of essential oils) of the Surinam cherry leaves under different drying methods and periods, as well as storage for up to six months in three different types of packaging. The drying experiment was conducted in Curitiba-PR in June 2012, the drying process having been evaluated at room temperature and also at two controlled temperatures of 45 ° C and 65 ° C in a dryer with system forced ventilation for six drying periods (0, 6, 24, 48, 72 and 96 hours). The storage experiment was conducted in Pinhais-PR between November 2011 and May 2012. Storage periods of (0, 60, 120 and 180 days) were evaluated and 3 types of packaging were also tested (polyethylene raffia bag (70 g / m<sup>2</sup>), transparent polyethylene bag (10 microns) and kraft<sup>®</sup> double bags (200 g/m<sup>2</sup>) + transparent plastic (10 micron). The polythene and raffia packages were sealed and the double kraft<sup>®</sup> bag was stitched closed. The EO extraction was performed by hydro distillation in Clevenger for 4 hours. The coloring of the leaves was observed using colorimeters and the composition of the EO by gas chromatography, along with mass spectrometry. The results indicate that drying at 45 ° C, stabilized the components of EO and the experiment conducted at 65 ° C showed increased amounts of viridifloreno + curzerene. After 60 days of storage, significant reductions in the levels of EO were noted. However, the packing used did not affect the yield of essential oils, nor of the coloring of the Surinam cherry leaves during their storage. The EO and essential components of the Surinam cherry leaves remained intact in the raffia and kraft<sup>®</sup> double + polyethylene packages for 180 days.

**Keywords:** Herbal remedy, aromatic, *Eugenia uniflora* L., packing, leaf coloring, post harvest.

## LISTA DE FIGURAS

<b>FIGURA 1:</b> <i>Eugenia uniflora</i> L. A: ÁRVORE DE PITANGUEIRA; B: FOLHAS E FRUTOS.....	15
<b>FIGURA 2:</b> SECAGEM EM AMBIENTE.....	32
<b>FIGURA 3:</b> TEORES MÉDIOS DE UMIDADE E DE ÓLEO ESSENCIAL DE FOLHAS DE PITANGUEIRA SECAS A 45 °C.....	36
<b>FIGURA 4:</b> TEORES MÉDIOS DE UMIDADE E DE ÓLEO ESSENCIAL DE FOLHAS DE PITANGUEIRA SECAS EM TEMPERATURA AMBIENTE.....	36
<b>FIGURA 5:</b> TEORES MÉDIOS DE UMIDADE E DE ÓLEO ESSENCIAL DE FOLHAS DE PITANGUEIRA SECAS A 65 °C.....	37
<b>FIGURA 6:</b> CONSTITUINTES MAJORITÁRIOS DO ÓLEO ESSENCIAL DE FOLHAS DE <i>E. uniflora</i> L. ....	38
<b>FIGURA 7:</b> COMPOSIÇÃO MÉDIA DO OE DE PITANGUEIRA EM FUNÇÃO DE DIFERENTES TEMPERATURAS DE SECAGEM.....	41
<b>FIGURA 8:</b> TEOR DE ÓLEO ESSENCIAL DE FOLHAS DE PITANGUEIRA SECAS E ARMAZENADAS EM DIFERENTES PERÍODOS.....	56
<b>FIGURA 9:</b> VARIAÇÃO DA COLORAÇÃO DE FOLHAS DE PITANGUEIRA, COORDENADAS L*, a*, b* ARMAZENADAS EM DIFERENTES PERÍODOS.....	61



## LISTA DE TABELAS

<b>TABELA 1:</b> TEOR MÉDIO DE ÓLEO ESSENCIAL DE FOLHAS DE PITANGUEIRA EM DIFERENTES MÉTODOS E PERÍODOS DE SECAGEM.....	34
<b>TABELA 2:</b> TEOR DE VIRIDIFLORENO + CURZERENO EM ÓLEO ESSENCIAL DE FOLHAS DE PITANGUEIRA EM DIFERENTES MÉTODOS E PERÍODOS DE SECAGEM.....	39
<b>TABELA 3:</b> RELAÇÃO ENTRE O TEOR MÉDIO DE ÓLEO ESSENCIAL DE FOLHAS DE PITANGUEIRA SECAS ARMAZENADAS, COMPARADO COM FOLHAS DE PITANGUEIRA FRESCAS E SECAS A 11% DE UMIDADE.....	54
<b>TABELA 4:</b> CONSTITUINTES DO OE DE FOLHAS DE PITANGUEIRA FRESCAS, SECAS E ARMAZENADAS EM DIFERENTES CONDIÇÕES.....	59
<b>TABELA 5:</b> VALORES MÉDIOS DAS COORDENADAS L*, a*, b* EM FOLHAS DE <i>E. uniflora</i> L., FRESCAS E SECAS.....	60

## LISTA DE ANEXOS

<b>ANEXO 1:</b> ANÁLISE DE SOLO, ÁREA DE FRUTICULTURA, FAZENDA EXPERIMENTAL DO CANGUIRI – UFPR.....	72
<b>ANEXO 2:</b> SELEÇÃO DAS FOLHAS E ELIMINAÇÃO DOS RAMOS LENHOSOS DE <i>Eugenia uniflora</i> L. ....	73
<b>ANEXO 3:</b> TEMPERATURA E UMIDADE RELATIVA MÉDIA - NOVEMBRO DE 2011 A MAIO DE 2012 .....	73
<b>ANEXO 4:</b> DESENHO ESQUEMÁTICO DO SECADOR AKHENATON® .....	74

## SUMÁRIO

AGRADECIMENTOS .....	5
ABSTRACT .....	7
SUMÁRIO.....	11
<b>1. INTRODUÇÃO GERAL .....</b>	<b>13</b>
<b>2. REVISÃO DE LITERATURA.....</b>	<b>14</b>
2.1 PITANGUEIRA .....	14
2.2 ÓLEO ESSENCIAL DE PITANGUEIRA.....	15
2.3 SECAGEM, EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO DE PLANTAS AROMÁTICAS E MEDICINAIS .....	16
2.3.1 Secagem .....	16
2.3.2 Embalagem.....	18
2.3.3 Armazenamento .....	19
2.4 ÓLEOS ESSENCIAIS.....	20
REFERÊNCIAS .....	22
<b>3. TEOR E COMPOSIÇÃO DO ÓLEO ESSENCIAL DE PITANGUEIRA EM DIFERENTES CONDIÇÕES DE SECAGEM.....</b>	<b>28</b>
RESUMO .....	28
ABSTRACT .....	29
3.1 INTRODUÇÃO.....	30
3.2 MATERIAL E MÉTODOS.....	31
3.3 RESULTADOS E DISCUSSÃO .....	34
3.3.1 Teor de óleo essencial .....	34
3.3.2 Composição do óleo essencial.....	37
3.4 CONCLUSÕES .....	43
REFERÊNCIAS .....	43
<b>4. CONDIÇÕES DE ARMAZENAMENTO DE FOLHAS DE PITANGUEIRA PARA MANUTENÇÃO DO TEOR DE ÓLEO ESSENCIAL E COLORAÇÃO DAS FOLHAS.....</b>	<b>48</b>
RESUMO .....	48
ABSTRACT .....	49
4.1 INTRODUÇÃO.....	50
4.2 MATERIAL E MÉTODOS.....	50
4.3 RESULTADOS E DISCUSSÃO .....	53
4.3.1 Teor de óleo essencial .....	53

4.3.2 Composição do óleo essencial.....	56
4.3.3 Coloração das folhas .....	60
4.4 CONCLUSÕES .....	62
REFERÊNCIAS .....	63
<b>5. CONSIDERAÇÕES GERAIS .....</b>	<b>66</b>
APÊNDICES .....	67
ANEXOS .....	72

## 1 INTRODUÇÃO GERAL

Entre as espécies de interesse para as indústrias de cosméticos, destaca-se a pitangueira (*Eugenia uniflora* L), uma árvore nativa do Brasil, cujo óleo essencial (OE) é retirado de suas folhas. Ela é encontrada praticamente em todo território nacional, com ocorrência na caatinga, cerrado e principalmente na mata atlântica (CORADIN *et al.*, 2011; LORENZI, 2002). Além do uso cosmético, as folhas também são utilizadas para a produção de chás, no combate de febres, hipertensão e diarreias (LORENZI & MATOS, 2008).

A pitangueira é uma planta pioneira utilizada na recuperação de áreas degradadas por se adaptar as diferentes condições de solos e de clima. É muito utilizada em paisagismo, como cerca vivas e na arborização urbana, além disso, é comum encontrá-la em pomares domésticos. Seus frutos possuem sabor agridoce, são ricos em vitamina C e sais minerais e são utilizados na fabricação de sucos e sorvetes (CORADIN *et al.*, 2011; LIRA *et al.*, 2007).

No estado do Paraná, especificamente no município de Turvo, há interesse na colheita das folhas de pitangueira. Sendo colhidas folhas de plantas nativas em áreas de reserva legal de famílias cooperadas da Coopaflores. Esta atividade extrativista é mais uma alternativa de renda para os agricultores. As folhas são comercializadas para utilização como matéria-prima para uma grande indústria de cosméticos em São Paulo.

A utilização do óleo essencial da pitangueira pelas indústrias de cosméticos vem aumentando, além de possuir aroma característico e agradável, apresenta propriedades antioxidantes e adstringentes, sendo interessante para fabricação de produtos corporais (MALAMAN *et al.*, 2011; GALUCCI *et al.*, 2010).

Técnicas de pós-colheita, como secagem e armazenamento das folhas de plantas aromáticas são importantes e necessárias para garantir à indústria e ao consumidor final, a manutenção da qualidade do produto e o fornecimento de matéria-prima ao longo do ano.

Apesar da grande demanda pelas folhas desta espécie, até o momento não há relatos de qual a melhor embalagem e o período mais adequado para armazenar folhas secas de pitangueira. Objetivou-se avaliar técnicas de pós-colheita das folhas de pitangueira secas e armazenadas, em diferentes condições.

Inicialmente foram avaliados métodos e períodos de secagem para manutenção do teor e composição do óleo essencial de folhas de pitangueira. Avaliou-se ainda o teor, composição de óleo essencial e coloração das folhas frescas, secas e armazenadas em diferentes tipos de embalagens e períodos.

## 2 REVISÃO DE LITERATURA

### 2.1 PITANGUEIRA

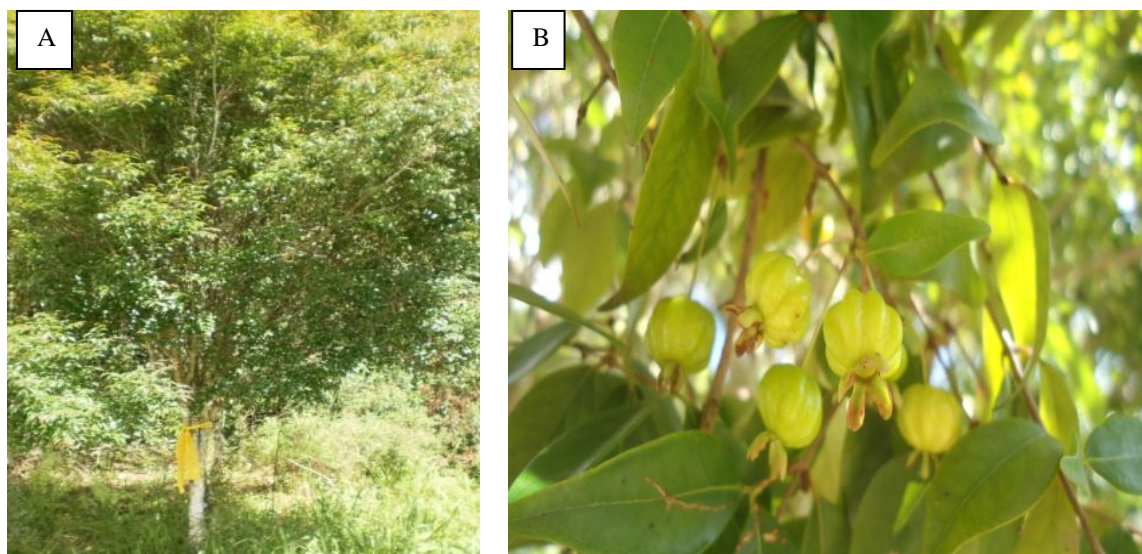
A pitangueira (*Eugenia uniflora* L.), pertencente à família *Myrtaceae*, é uma espécie originária do Brasil, encontrada praticamente em todo território nacional, com ocorrência na caatinga, cerrado e principalmente na mata atlântica (CORADIN *et al.*, 2011; LORENZI, 2002). Nas regiões onde ocorre é valorizada pelo seu fruto, sendo também bastante utilizada em paisagismo (BEZERRA *et al.*, 2004).

Possui característica de arbusto ou árvore semi-decídua, de 4 a 10 metros de altura, com copa estreita e tronco liso de cor pardo-clara. As folhas são simples, cartáceas, de 3 a 7 centímetros de comprimento, com aroma característico e quando jovens, apresentam aspecto rosado que em seguida, passam a ser verde-escuro brilhante. É também utilizada na medicina popular em várias regiões para o tratamento da diarreia, hipertensão, febre e reumatismo (MELO *et al.*, 2007; LORENZI & MATOS, 2008; COSTA *et al.*, 2009; GALLUCCI *et al.*, 2010).

As flores apresentam coloração branca, solitárias ou em ramos de 2 a 3 nas axilas e nas extremidades dos ramos. Os frutos do tipo drupa, globosos e sulcados, são brilhantes e podem ser de cores vermelha, amarela ou preta, com polpa carnosa e agridoce, contendo de 1 a 2 sementes. São consumidos *in natura* e utilizados na fabricação de sucos, licores, sorvetes, geléias. As raízes têm propriedade de rebrotar, produzindo touceiras (MELO *et al.*, 2007; LORENZI & MATOS, 2008; GALLUCCI *et al.*, 2010).

No Brasil, a maior produção comercial entre 1300 e 1700 toneladas de frutos por ano, está localizada na região de Bonito-PE e a maior área com cultivo comercial está também localizada em Pernambuco com 300 hectares, sendo destinados os frutos principalmente para a fabricação de sucos (FRAIFE - FILHO *et al.*, 2010; CORADIN *et al.*, 2011; LIRA *et al.*, 2007).

No Paraná, município de Turvo, são comercializados anualmente 800 kg de folhas secas, destinadas para a fabricação de cosméticos sendo colhidas de duas áreas de reserva legal, certificadas pela Ecocert. Na região metropolitana de Curitiba (Campo Largo), são cultivados aproximadamente 2 hectares de pitangueira, com a finalidade de comercialização das folhas secas que são destinadas principalmente para uso em chás e também para extração de OE, sendo comercializados em frascos de 10 mL, utilizados em aromaterapia.



**FIGURA 1:** *Eugenia uniflora* L., A: árvore de pitangueira; B: folhas e frutos (Foto: Ana Lucia A. de Assis, Pinhais-PR, 2011).

## 2.2 ÓLEO ESSENCIAL DE PITANGUEIRA

Várias *Myrtaceas* são produtoras de OE, destacando-se mirto (*Myrtus comunis*) produzido na Ilha de Córsega, pimenta (*Pimenta officinalis*) da América Central e cravo (*Eugenia caryophyllata*), produzido principalmente na África. Diversas espécies de eucaliptos também são produtoras de OE's, com propriedades medicinais e desinfetantes (*E. globulus*) e aromatizantes de uso doméstico (*E. citriodora*) (CRAVEIRO *et al.*, 1981).

O OE da pitangueira pode estar armazenado tanto nas folhas, quanto nos frutos (LORENZI & MATOS, 2008), sendo a maior concentração presente nas folhas (MAY *et al.*, 2007). Na composição química do OE de *E. uniflora* são encontrados principalmente sesquiterpenos como o curzereno, o germacreno A, o germacreno B, o germacreno D, o viridiflorol e a selina-1,3,7(11)-trien-8-on (ONAYADE *et al.*, 1999; COSTA *et al.*, 2009; MAGINA *et al.*, 2009; CHANG *et al.*, 2011).

O óleo essencial da pitangueira, extraído das folhas da planta por destilação, é também conhecido como "Surinam Cherry" e "Brazilian Cherry" apresentando teores nas folhas que variam de 0,74% a 1,8% (MAY *et al.*, 2007). Porém, no município de Águas de Santa Bárbara, estado de São Paulo o teor médio anual é de 0,4% (GALUCCI *et al.*, 2010). Possui propriedades adstringentes e odor agradável, atualmente utilizado na indústria de cosméticos, para a fabricação de produtos como sabonetes, desodorantes e óleos corporais. Seu aroma é

descrito como cítrico, exótico, verde e fresco (GALLUCCI *et al.*, 2010). A indústria de cosméticos têm grande interesse em estudos com OE, pois esta planta possui propriedades adstringentes e antioxidantes (MAY *et al.*, 2007; MALAMAN, 2011).

A Farmacopéia Brasileira determina que o OE de pitangueira deva possuir no mínimo, 27,0% de curzerenos (ANVISA, 2010). MELO *et al.* (2007), obtiveram na composição de OE de pitangueira teores de curzereno de 50,2%, beta elemeno (5,9%) e alfa cadinol (4,7%), como constituintes majoritários. No entanto, CHANG *et al.* (2011) obtiveram níveis de 2,85% de curzereno e concluíram em seu estudo, que os teores de curzerenos podem variar de acordo com os fatores climáticos de cada região.

A variação da composição do OE de pitangueira, de acordo com COSTA *et al.* (2010), pode estar associada à coloração do fruto. Plantas com frutos amarelos, vermelho-escuro e roxo, apresentaram altas porcentagens de germacreno B (11,1% - 30,7%), germacrona (9,8% - 54%) e atractilona (0% - 19,9%). As plantas com frutos vermelho-claro, apresentam como constituintes majoritários o curzereno (42,0% - 43,2%), germacreno D (8,7% - 9,0%) e germacreno A (5,9% - 8,9%), enquanto que as plantas com frutos vermelho-alaranjado possuem em sua composição selina-1,3,7(11)-trien-8-ona (40,3% - 55,4%) e epóxido de selina-1,3,7(11)-trien-8-ona (12,7% - 24,4%).

## 2.3 SECAGEM, EMBALAGEM E ARMAZENAMENTO DE PLANTAS AROMÁTICAS E MEDICINAIS

### 2.3.1 Secagem

O conteúdo de umidade em folhas de plantas medicinais e aromáticas no momento da colheita, geralmente está em torno de 60% a 80%, sendo observado no presente estudo, em folhas recém-colhidas, variação nos teores de umidade entre 63% a 69%.

Os processos metabólicos não cessam após a colheita das plantas e com isso ocorrem deteriorações, como oxidação e transformação de enzimas oxirredutoras (peroxidases e polifenoloxidasas). A secagem é de extrema importância, pois permite a conservação de plantas por um longo período. Nesse processo, retira-se a água contida nas células, paralisando a atividade das enzimas. Por esta razão, quando o material é submetido à



secagem, menor é a perda de princípios ativos e melhor a qualidade do produto (SARTÓRIO *et al.*, 2000; WACHOVICZ & CARVALHO, 2002; CELESTINO, 2010).

A secagem deve ser realizada até a planta atingir de 8% a 12% de umidade, conforme a espécie e a parte da planta. Com essa umidade, pode-se armazenar a maioria das espécies, sem que ocorra deterioração. Este processo, realizado de maneira adequada, é de suma importância para conservação da qualidade das plantas, em termos de princípios ativos, aroma, sabor e coloração das mesmas (SARTÓRIO *et al.*, 2000; CORRÊA JUNIOR *et al.*, 2006). Os métodos de secagem podem ser divididos em: naturais ou artificiais. A secagem natural, geralmente é realizada à sombra em temperatura ambiente e em galpões. A secagem artificial é feita em secadores ou estufas, reduzindo esse processo em horas, além de preservar as características desejáveis do produto (CORRÊA JUNIOR *et al.*, 2006).

A padronização da secagem de forma a manter a composição de plantas medicinais e aromática é um desafio para a indústria de fitoterápicos e de cosméticos (SILVA JUNIOR *et al.*, 2006). Entre os procedimentos de secagem adotados pelas indústrias farmacêuticas destaca-se a secagem por aspersão chamada de secagem *spray drying*. O método de secagem em *spray drying* acontece em três etapas, ocorrendo na primeira etapa dispersão do fluido como gotículas, produzindo área de contato com o material, na segunda etapa há contato do material com uma corrente de ar aquecido com transferência de calor e na terceira etapa acontece rapidamente a evaporação do solvente contido na superfície do material. Geralmente são utilizados solventes orgânicos como etanol, metanol e isopropanol, além da água (OLIVEIRA & PETROVICK, 2010).

A secagem em *spray drying* apresenta muitas vantagens, quando comparada com outros métodos de secagem. Além da redução no tempo de secagem, o consumo de energia elétrica é diminuído e ocorre baixa degradação nas características dos produtos como cor, sabor e aroma (OLIVEIRA & PETROVICK, 2010; ROSA *et al.*, 2006).

No processo de secagem em *spray drying*, deve-se considerar a temperatura do ar de entrada do material, ainda que a temperatura seja elevada o material a ser seco nunca é aquecido em temperatura mais elevada que a temperatura de saída. Sendo que a umidade final do produto é determinada em função da temperatura de saída. A temperatura do material aspergido no secador permanece em aproximadamente 20°C abaixo da temperatura de saída (OLIVEIRA & PETROVICK, 2010).

A técnica de secagem em método de *spray drying*, adotada no presente estudo foi adaptada pela indústria de equipamentos Akhenaton<sup>®</sup>, chamada de secagem em método

*ecodryer*, ou seja, não se utiliza solvente apenas há controle da velocidade do ar e da temperatura de secagem.

O período de secagem das plantas medicinais e aromáticas dependerá do fluxo, da velocidade de ar, da umidade relativa e da temperatura, estes parâmetros devem ser constantemente observados. Quanto maiores as temperaturas e o fluxo de ar, mais rápida será a secagem. Porém, a temperatura de secagem é determinada pela sensibilidade dos princípios ativos da planta. Conforme a espécie e parte da planta há uma temperatura ideal de secagem (BARBOSA, 2005; CORRÊA JUNIOR *et al.*, 2006).

Para a espécie *E. uniflora* L., ainda não está determinada a temperatura ideal para secagem de suas folhas, que possibilita manutenção dos princípios ativos e ainda, o armazenamento sem interferência de micro-organismos.

### 2.3.2 Embalagem

A utilização de embalagens para conservação dos produtos com umidade adequada e preservação do aspecto original, como a cor e o aroma, é de grande importância, visto que, várias espécies após a secagem, reabsorvem a umidade relativa do ar. Além disso, o uso de embalagens apropriadas protege os produtos contra os danos causados pelo manuseio, condições atmosféricas extremas de umidade e de outros elementos, que possam degradar o produto durante o transporte e armazenamento. O tipo de embalagem irá garantir a qualidade visual do produto após o armazenamento (CHITARRA & CHITARRA, 2005; CABRAL – MALHEIROS *et al.*, 2010). As embalagens recomendadas para armazenamento de folhas são: sacos de papel, sacos de polietileno, caixas de papelão, sacos de papel tipo kraft® duplo com uma camada interna de polietileno atóxico (CORRÊA JUNIOR *et al.*, 2006).

A colorimetria é uma técnica muito utilizada em pós-colheita de frutas e hortaliças, sendo empregada também na avaliação da tonalidade de produtos secos ou minimamente processados, durante o armazenamento. A mudança de coloração está associada aos pigmentos e as reações químicas, que provocam o escurecimento. As duas classes de pigmentos mais importantes nas plantas medicinais são clorofilas e os carotenóides, que são lipossolúveis e sensíveis às condições de secagem e as reações enzimáticas de escurecimento pelas polifenoloxidasas (WACHOWICZ & CARVALHO, 2002; SILVA *et al.*, 2007; MARTINAZZO, 2008; CABRAL-MALHEIROS *et al.*, 2010).

As folhas das espécies aromáticas destinadas às chás, exigem que o produto final mantenha ao máximo a coloração natural, pois os consumidores observam esta característica como um indicativo de qualidade do produto. O tipo de embalagem afeta a manutenção da coloração de capim limão, quando foi armazenado em embalagem de polietileno, durante 6 meses, ocorreu a perda da coloração desejada para a comercialização, sendo portanto, recomendada a embalagem de polietileno envolto em papel kraft<sup>®</sup> duplo (MARTINAZZO, 2008). Observou-se em erva-mate, armazenada em embalagens de papel ou laminadas, que as amostras armazenadas em papel, resultaram em coloração verde menos intensa e mais amarelada, que as armazenadas em embalagens laminadas (CABRAL – MALHEIROS *et al.*, 2010).

A coloração é utilizada como parâmetro, para seleção de muitos produtos e pode ser um indicativo de qualidade. Para medir a variação da cor e garantir a qualidade do produto final, faz-se necessário o uso de aparelhos com alta precisão, como colorímetros ou espectrofotômetros. O uso destes aparelhos são importantes, pois eliminam a subjetividade visual do consumidor (CHITARRA & CHITARRA, 2005; MARTINAZZO, 2008; MORITIZ, 2011).

As diferenças de coloração podem ser expressas pelas distâncias geométricas regulares entre os eixos  $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$ , obtidos em leitura direta no colorímetro. O eixo  $L^*$  define a claridade ou luminosidade e a tonalidade é dada pelas cores verde, vermelha, amarela e azul que são definidas nas coordenadas  $a^*$  e  $b^*$ , sendo que a coordenada  $a^*$ , define a variação do verde-vermelho e a coordenada  $b^*$  do azul-amarelo (GONÇALEZ *et al.*, 2001). Até o momento, não existem registros de estudos, sobre tipos de embalagens recomendadas para armazenar folhas de pitangueira destinadas à extração de OE.

### 2.3.3 Armazenamento

Segundo a ANVISA (2010), o período de armazenamento indicado para plantas aromáticas e medicinais é de um ano, porém pode-se prolongar por até dois anos, desde que o fabricante atenda aos padrões de embalagem, secagem e qualidade do produto, livre de micro-organismos e registro na Farmacopéia (RDC 10 de março de 2010).

De acordo com CORRÊA JUNIOR *et al.* (2006), as plantas aromáticas e medicinais devem ser armazenadas o menor tempo possível, pois em geral ocorrem a diminuição e a alteração dos princípios ativos.

Vários estudos indicam que o armazenamento ocasiona diminuição no teor e também alteração da composição dos óleos essenciais em diversas espécies, como em *Zingiber officinale* durante três meses de armazenamento dos rizomas, houve aumento nos conteúdos de geranial e de neral em 60% (SAKAMURA, 1987). Em *Artemisia dracunculus*, armazenada em vidro houve a redução no teor de óleo essencial em 50%, após 30 dias de armazenamento (ARABOSSEINI *et al.*, 2006). Observou-se também em *Thymus vulgaris* e *Rosmarinus officinalis*, que o armazenamento por seis meses das plantas congeladas, manteve a composição do óleo essencial (USAI *et al.*, 2011). Em *Ocimum selloi* Benth (COSTA *et al.*, 2009), constatou-se que após o período de um ano de armazenamento em embalagens de polipropileno, houve decréscimo em 87,5% no teor de OE.

## 2.4 ÓLEOS ESSENCIAIS

Os constituintes dos OE de espécies aromáticas são classificados em duas classes distintas, os fenilpropanóides e os terpenóides. Os fenilpropanóides são importantes e em algumas espécies aromáticas conferem odor e aroma característico, como em canela, constituído principalmente de cinamaldeído (YUNES & CECHINEL-FILHO, 2012). Geralmente, os terpenóides são constituintes predominantes de OE de plantas, sendo formados pela fusão de unidades isoprênicas de 5 carbonos e conforme o número de carbonos (C) recebem uma nomenclatura. Desta maneira, os monoterpenos possuem 10 carbonos, os sesquiterpenos 15 carbonos, diterpenos 20 carbonos, os terpenos 30 carbonos e os polisoprenos um conjunto de vários isoprenos (BRUNETON, 1991; SANGWAN *et al.*, 2001; LORENZI & MATOS, 2008; TAIZ & ZEIGER, 2009).

Os OE's apresentam uma variedade de classes químicas, sendo que, muitos dos constituintes estão presentes apenas em traços ou em proporções insignificantes (SANGWAN *et al.*, 2001).

De maneira geral os OE's são misturas complexas de substâncias voláteis, lipofílicas, odoríferas e líquidas, com aparência oleosa à temperatura ambiente, sendo assim chamados de óleo. São dotados de aromas em sua maioria agradáveis e intensos, de sabores geralmente

ácidos e picantes, apresentando-se incolores ou ligeiramente amarelados (CRAVEIRO *et al.*, 1981; SANGWAN *et al.*, 2001; SIMÕES *et al.*, 2007).

Existem diversas famílias que se destacam na produção de OE's como, por exemplo: *Myrtaceae*, *Lauraceae*, *Rutaceae*, *Lamiaceae*, *Asteraceae*, *Apiaceae*, *Cupressaceae*, *Poaceae*, *Zingiberaceae* e *Piperaceae* (BRUNETON, 2001).

Os OE's produzidos pelas espécies aromáticas são utilizados como matéria-prima nas indústrias de alimentos como aromatizantes, em perfumes e produtos farmacêuticos. Possuem também importância na fabricação de produtos de higiene e limpeza e ainda na agricultura para controle biológico de pragas e doenças (BRUNETON, 1991; SACCHETTI *et al.*, 2005; GOBBO-NETO, 2007; SOUZA *et al.*, 2010).

O Brasil é o terceiro maior exportador de óleos essenciais, sendo que 91% consistem em OE's de citros, principalmente o da laranja (80%), subproduto da indústria de sucos. O Brasil, destaca-se ainda na exportação de OE's de limão, eucalipto, pau-rosa, lima e capim-limão. (SOUZA *et al.*, 2010).

Os OE's são armazenados em diferentes órgãos, como em flores, folhas, cascas, rizomas e frutos. Na calêndula, camomila, lavanda, os OE's predominam em flores, no patchouli, capim-limão, eucalipto os OE's estão predominantes em folhas. Na erva-doce e no funcho os OE's estão presentes em frutos, na canela, pau-rosa, carqueja em caules. No gengibre em rizomas, no vetiver em suas raízes, na noz moscada em sementes (BIASI & DESCHAMPS, 2009).

Os óleos essenciais também podem ser sintetizados e armazenados nas diferentes estruturas secretoras internas especializadas, tais como células parenquimáticas diferenciadas, as bolsas esquizógenas ou lisígenas e os canais oleíferos e em estruturas externas, como observado na menta, que possui OE em seus tricomas glandulares presentes na superfície das folhas (SIMÕES *et al.*, 2007; BIASI & DESCHAMPS, 2009; BIZZO *et al.*, 2009).

Os principais métodos de extração de OE's são: enfloração, hidrodestilação, destilação por arraste a vapor, a extração com solventes orgânicos, a prensagem, a extração por CO<sub>2</sub> supercrítico (MORAIS, 2009).

Pesquisas realizadas mostraram que o método de secagem e o armazenamento, possuem efeitos sobre o teor e a composição de OE em diversas espécies. Em *Chamaemelum nobile* L., quando a secagem foi realizada à sombra, houve aumento no teor de OE (OMIDBAIGI *et al.*, 2004). No capim-limão, a secagem à 50 °C elevou os teores de OE, enquanto o armazenamento por 12 meses reduziu (MARTINAZZO *et al.*, 2008).

O teor de OE depende também de diversos fatores, como os genéticos, os climáticos, os edáficos, ciclo vegetativo, além de fatores como o horário de coleta das plantas, a altitude e a latitude (GOBBO-NETO *et al.*, 2007; MORAIS, 2009).

Para se determinar a composição dos OE's, utilizam-se técnicas de cromatografia em gás. Trata-se de um método físico de separação, no qual os componentes a serem separados, são distribuídos entre duas fases: estacionária e móvel (DEGANI *et al.*, 1998). Este método é eficiente na determinação dos constituintes majoritários dos OE's e indicam a melhor aplicação do produto, podendo ser utilizados como matéria-prima, para fins alimentícios, farmacêuticos ou em perfumaria (MÜHLEN *et al.*, 2004). Outra técnica utilizada é a cromatografia a gás, acoplada a detector de olfato métrico, para a análise de aromas (YUNES & CECHINEL-FILHO, 2012).

A cromatografia permite identificar os compostos de interesses industriais, como os anti-inflamatórios, os antioxidantes, os analgésicos, sendo importantes para uso na indústria farmacêutica e ainda compostos como eugenol, citral e mentol, são interessantes para a indústria alimentícia e de cosméticos (SACHETTI *et al.*, 2005; YUNES & CECHINEL-FILHO, 2012).

## REFERÊNCIAS

ANVISA, **Farmacopéia Brasileira Volume II**. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Brasília. DF. 5ª Ed. p.1206. Disponível em: [http://www.anvisa.gov.br/hotsite/cd\\_farmacopeia/index.htm](http://www.anvisa.gov.br/hotsite/cd_farmacopeia/index.htm). Acesso em: 03/09/2011.

ANVISA, **Notificação de drogas vegetais junto a Agência de Vigilância Sanitária**. Resolução 10 de 9 de março de 2010. Disponível em: <http://www.plantamed.com.br/DIV/ANVISA/RDC/2010>. Acesso em: 20/06/2012.

ARABHOSSEINI, A; HUISMAN, W; BOXTEL, A. B; MÜLLER, J. Long-term effects of drying conditions on the essential oil and color of tarragon leaves during storage. **Journal of Food Engineering**. USA. v. 79. p. 561 - 566, 2007.

BARBOSA, F. F. **Avaliação do tempo de residência no campo e da temperatura do ar de secagem sobre o teor e sobre a composição química do óleo essencial de erva-cidreira-brasileira (*Lippia alba* (Mill.) N. E. Brown)**. 39 f. Tese (Doutorado em Engenharia

Agrícola) – Universidade Federal de Viçosa. Viçosa, MG 2005. Disponível em: <<http://secagemplanta.net/artigos/2005-Tese.pdf>>. Acesso em: 01/09/2010.

BEZERRA, J.E; LEDERMAN, I.E; SILVA-JUNIOR, J.F; ALVES, M. A. Comportamento da pitangueira (*Eugenia uniflora* L.) sob irrigação na região do Vale do Rio Moxotó, Pernambuco. **Revista Brasileira de Fruticultura**. Jaboticabal - SP. v. 26. n. 1, p. 177 - 179, 2004.

BIASI, L.A; DECHAMPS, C. **Plantas Aromáticas do Cultivo à Produção de Óleo Essencial**. Ed. Layer Graf. Curitiba, p.7 - 32, 2009.

BIZZO, H.R; HOVELL, A. M. C; REZENDE, C. M. Óleos essenciais no Brasil: aspectos gerais, desenvolvimento e perspectivas. **Química Nova**. São Carlos - SP. v. 32, n. 3, p. 588 - 594, 2009.

BRUNETON, J. **Fotoquímica Y Farmacognosia**. Acribia S.A. Zaragoza Espanã. p. 230 – 233, 1991.

CABRAL - MALHEIROS, G; HECTHEUER, L; H. R; CANTOL, M. W; BALSAMO, G. M. O tempo e o tipo de embalagem sobre a erva-mate tipo chimarrão durante armazenagem em condições ambientais. **Ciência Rural**. Santa Maria – RS. v. 40, n. 3, p. 654 - 660, 2010.

CHANG, R; MORAIS, S.A.L; NAPOLITANO, D.R; DUARTE, K.C; GUZMAN, V.B; NASCIMENTO, E.A - A new approach for quantifying furanodiene and curzerene. A case study on the essential oils of *Eugenia uniflora* (pitangueira) leaves. **Brazilian Journal of Pharmacognosy**. Curitiba-PR. v. 21. n. 3, p. 392 - 396, 2011.

CELESTINO, S.M.C. **Princípios de Secagem de Alimentos**. Documentos 276. Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária. Embrapa Cerrados. Ministério de Agricultura, Pesca e Abastecimento. ISSN - on line – 2176 5081. Planaltina-DF. 36 p, 2010.

CHITARRA, M. I. F.; CHITARRA, A. B. **Pós-colheita de frutas e hortaliças: fisiologia e manuseio**. Lavras: UFLA. 2ª Ed, p. 196 - 197; p. 544 - 547; p. 673 - 677, 2005.

CORADIN, L; SIMINSKI, A; REIS, A. **Espécies nativas da flora brasileira de valor econômico atual ou potencial**. Plantas para o futuro - região sul. Ministério do Meio Ambiente. Brasília – DF. p. 176. Disponível em: <[http://www.mma.gov.br/estruturas/sbf2008\\_dcbio/ebooks/regiao\\_sul/](http://www.mma.gov.br/estruturas/sbf2008_dcbio/ebooks/regiao_sul/)>. Acesso em: 10/08/2012.

CORRÊA JUNIOR, C; SCHEFFER, M. C; MING, LIN C. **Cultivo Agroecológico de Plantas Medicinais, Aromáticas e Condimentares**. Ministério do Desenvolvimento Agrário. Brasília-DF. p. 58 - 65, 2006.

COSTA, D.P; SANTOS, S.C; SERAPHIN, J.C; FERRI, P. H. Seasonal variability of essential oils of *Eugenia uniflora* leaves. **Journal of Brazilian Chemical Society**. Campinas-SP. Sociedade Brasileira de Química. v. 20, n. 7, p. 1287 - 1293, 2009.

COSTA, D.P; ALVES - FILHO, E.G; SILVA, L.M.A; SANTOS, S.C; PASSOS, X.S; SILVA, M.R.R; SERAPHIN, J.C; FERRI, P.H. Influence of Fruit Biotypes on the Chemical Composition and Antifungal Activity of the Essential Oils of *Eugenia uniflora* Leaves. **Journal of Brazilian Chemical Society**. Campinas-SP. Sociedade Brasileira de Química. v. 21. n. 5, p. 851 - 858, 2010.

COSTA, L.C.B; PINTO, J.E.B.P; BERTOLUCCI, S.K.V; ALVES, P.B.; EVANGELINO,T.S. Variação no rendimento e composição química do óleo essencial de folhas de atoveran (*Ocimum selloi* Benth.) inteiras e moídas sob condições de armazenamento. **Revista Brasileira de Plantas Medicinais**. Botucatu-SP. v. 11. n. 1, p. 43 - 48, 2009.

CRAVEIRO, A. A; FERNANDES, A.G; ANDRADE, C.H.S; MATOS, F.J.A; ALENCAR, J.W; MACHADO, M.I. **Óleos essenciais de plantas do Nordeste**. Imprensa Universitária UFC. Fortaleza-CE. 85 p, 1981.

DEGANI, A. L. G; CASS, Q.B; VIEIRA, P. C. Cromatografia um breve ensaio. **Química nova na escola Cromatografia** v. 7.p. 21-25, maio 1998. Disponível em: <<http://qnesc.sbq.org.br/online/qnesc07/Atual.pdf>>. Acesso em: 14/06/ 2010.

FRAIFE - FILHO, G. A; LEITE, J. B.V; RAMOS, J. V. **Pitanga**. CEPLAC – Comissão Executiva do Plano da Lavoura Cacaueira. Brasil: Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Disponível em: <<http://www.ceplac.gov.br/radar/pitanga.htm>>. Acesso em: 28/07/2012.

GALLUCCI, S; PLACERES-NETO.A; PORTO, C. BARNIZAN, D. COSTA, I; MARQUES, K; BENEVIDES, P; FIGUEIREDO, R - Essential Oil of *Eugenia uniflora* L.: an industrial perfumery approach. **Journal of Essential Oil Research**. Italy. v. 22, p. 176 - 179, 2010.

GOBBO-NETTO, L; LOPES, N. P. – Plantas medicinais: fatores de influência no conteúdo de metabólitos secundários. **Química Nova**. São Carlos – SP. v. 30. n. 2, p. 374 - 381, 2007.



GONÇALEZ, J.C; JANIN, G; SANTORO, A.C.S; COSTA, A.F; VALLE, A. T. Colorimetria quantitativa: uma técnica objetiva de determinar a cor da madeira. **Brasil Florestal**. Brasília-DF. n. 72, p. 47 - 58, 2001.

LIRA JR. J.S; BEZERRA, J.E.F; LEDERMAN, I.E; SILVA JR. J. F. **Pitangueira**. Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária - IPA. Recife - PE.p. 12 - 30, 2007.

LORENZI, H. **Árvores brasileiras**: manual de identificação e cultivo de plantas arbóreas do Brasil. 4ª. Ed. Instituto Plantarum. Nova Odessa, SP. v.1. 278 p, 2002.

LORENZI, H; MATOS, F. J. A. **Plantas medicinais no Brasil nativas e exóticas**. 2ª. Ed. Instituto Plantarum. Nova Odessa – SP. p. 11 - 25; p. 387 - 388, 2008.

MALAMAN, F.S; MORAES, L.A.B; WEST, C; FERREIRA, N.J; OLIVEIRA, A.L. Supercritical fluid extracts from the Brazilian cherry (*Eugenia uniflora* L.): relationship between the extracted compounds and the characteristic flavour intensity of the fruit. **Food Chemistry**. California. v. 124, p. 85 - 92, 2011.

MAGINA, M.D.A; DALMARCO, E.M; WISNIEWSKI, A; SIMIONATTO, E.L; DALAMRICO, J.B; PIZZOLATTI, M.G; BRIGHENTE, I. Chemical composition and antibacterial activity of essential oils of *Eugenia* species. **Journal of Natural Medicines**. New Zealand. v. 63, p. 345 - 350, 2009.

MARTINAZZO, A.P; CORRÊA, P.C; MELO, E.C; CARNEIRO, A. P. S. Avaliação colorimétrica de folhas secas de *Cymbopogon citratus* (D.C.) Stapf durante o armazenamento em diferentes embalagens. **Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais**. Campina Grande, v. 10. n. 2, p. 131 - 140, 2008.

MAY, A; MORAES, A. R.A; PINHEIRO, M.Q - Teor de Óleo Essencial de Pitanga em Função de Tratamentos Pós-colheita. **Revista Caatinga**. Mossoró-RN. v. 20. n. 3, p. 186 - 190, 2007.

MELO, R. M; CORRÊA, V. F. S; AMORIM, A.C.L; MIRANDA, A. L. P; REZENDE, C. M. Identification of impact aroma compounds in *Eugenia uniflora* L. (Brazilian Pitanga) leaf essential oil. **Journal of Brazilian Chemical Society**. Campinas-SP. v. 18. n. 1, p. 179 - 183, 2007.

MORAIS, L.A.S. Influência dos fatores abióticos na composição química dos óleos essenciais. **Horticultura Brasileira**. Brasília. v. 27. n. 2, p. S4050 - S4063, 2009.(CD-Rom).

MORITIZ, A. R. **Existe cor em nossas vidas**. A colorimetria aplicada em nossos dias. 1ª. Ed. Braseq. Campo Limpo Paulista-SP. p. 11 - 12; p. 150 - 151, 2011.

MUHLEN, C.V; LANÇAS, F. M. Cromatografia Unificada. **Química Nova**. São Carlos – SP, v. 27. n. 5, p. 747 - 753, 2004.

OLIVEIRA, O. W; PETROVICK, P. R. Secagem por aspersão (*spray drying*) de extratos vegetais: bases e aplicações. **Revista Brasileira de Farmacognosia**. Curitiba-PR. v. 20. n. 4, p. 641 - 650, 2010.

OMIDBAIGI, R; SEFIDKON, F; KAZEMI, F. Influence of drying methods on the essential oil content and composition of Roman chamomile. **Flavour and Fragrance Journal**. Switzerland. v. 19, p. 196 - 198, 2004.

ONAYADE, O.A; ADEBAJO, A.C; LOOMAN, A. Effect of cold storage on the composition of the essential of *Eugenia uniflora* L. **Nigerian Journal of Natural Products and Medicine**. Africa. v. 3, p. 79 - 82, 1999.

ROSA, E.D.; TSUKADA, M.; FREITAS, L.A.P. **Secagem por atomização na indústria alimentícia: fundamentos e aplicações**. Disponível em: <http://www.fazu.br/novo/jornada2006/PALESTRAS/ENGE/palestra2.pdf>. Acesso em 30/11/2012.

SACCHETTI, G; MAIETTI, S; MUZZOLI, M; SCAGLIANTI, M; MANFRENDINI, S; RADICE, M; BRUNI, R. Comparative evaluation of 11 essential oils of different origin as functional antioxidants, antiradicals and antimicrobials in foods. **Food Chemistry**. California. v. 91, p. 621 - 632, 2005.

SAKAMURA, F. Changes in volatile constituents of *Zingiber officinale* rhizomes during storage and cultivation. **Phytochemistry**. USA. v. 26. n. 8, p. 2207 - 2212, 1987.

SANGWAN, N. S.; FAROOQI, A. H. A.; SFIABIH, F.; SANGWAN, R. S. Regulation of essential oil production in plants. **Plant Growth Regulation**. South Africa. v. 34, p. 3 - 21, 2001.

SARTÓRIO, M.L. C; RESENDE, P; MACHADO, J. R. **Cultivo Orgânico de Plantas Medicinais**. Ed. Aprenda Fácil.Viçosa. p. 60 - 76, 2000.

SIMÕES, C. M. O.; SPITZER, V. Óleos voláteis. **Farmacognosia: da planta ao medicamento**. 6 ed. Porto Alegre: Universidade/UFRGS. p. 404 - 492, 2007.

SILVA, J.M; ONGARELLI, M.G; AGUILA, J.S; SASAKI, F.F; KLUGE, R. A. Métodos de determinação de clorofila em alface e cebolinha minimamente processadas. **Revista Iberoamericana de Tecnologia Postcosecha**. México. v. 8, p. 53-59, 2007.

SILVA-JUNIOR, J.O.C; VIEIRA, J. L. F; BARBOSA, W. L. R; PEREIRA, N. L. Caracterização físico-química do extrato fluido e seco por nebulização de *Symphytum officinale* L.. **Revista Brasileira de Farmacognosia**. Curitiba-PR. v. 16. Suplemento. p. 671 - 677, 2006.

SOUZA, S.A.M; MEIRA, M.R; FIGUEIREDO, L.S; MARTINS, E.R. Óleos essenciais: aspectos econômicos e sustentáveis.**Enciclopédia Biosfera**.Centro científico conhecer. Goiânia. v. 6. n. 10, p.1 - 2, 2010.

TAIZ, T.; ZEIGER, E. **Fisiologia vegetal**. 3ª. Ed. Artmed. Porto Alegre-RS. p. 141 - 143; p. 345 - 352, 2009.

YUNES, R.A; FILHO - CECHINEL, V. **Química de Produtos Naturais**: novos fármacos e a moderna farmacognosia. 3ª. Ed. Univali. Itajaí-SC. p. 229 - 234, 2012.

WACHOWICZ, C.M & CARVALHO, R. I. N. **Fisiologia vegetal**: produção e pós - colheita. 1ª. Ed. Champagnat Curitiba- PR. 394 p, 2002.

### 3 TEOR E COMPOSIÇÃO DO ÓLEO ESSENCIAL DE PITANGUEIRA EM DIFERENTES CONDIÇÕES DE SECAGEM.

#### RESUMO

A pitangueira é uma espécie nativa da mata atlântica que além de frutífera, possui propriedades fitoterápicas e aromáticas. Seu óleo essencial é muito utilizado na indústria de cosméticos, devido às propriedades antioxidantes e ao aroma agradável que possui. A secagem de plantas aromáticas é de extrema importância, pois permite a conservação do produto por um longo período em termos de princípios ativos, aroma, sabor e coloração. Como a pitangueira é uma planta semi-decídua, a adoção de técnicas de secagem e armazenagem são importantes para manter o fornecimento de matéria prima para indústria de produção de óleos essenciais e chás ao longo do ano. Este trabalho teve como objetivo avaliar o efeito de condições de secagem no teor e composição do óleo essencial de folhas de pitangueira. O material vegetal foi colhido no município de Turvo - PR, em junho de 2012. O delineamento experimental foi inteiramente casualizado em esquema fatorial 3x6 comparando métodos de secagem (ambiente, 45 °C e 65 °C) e períodos de secagem (0, 6, 24, 48, 72 e 96 horas), totalizando 18 tratamentos, com três repetições, cada qual com 4 kg de folhas de pitangueira. A extração de óleo essencial foi realizada por hidrodestilação em Clevenger a partir de 50 gramas de folhas, durante 4 horas, nos períodos avaliados. De maneira geral, a secagem elevou os teores de óleo essencial, observou-se para temperatura de 45 °C teor de 2,21 ( $\mu\text{L} \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{MS}$ ) antes da secagem e após 3,97 ( $\mu\text{L} \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{MS}$ ). Os constituintes majoritários da pitangueira foram viridifloreno+curzereno. (21,06% - 11,70%), alfa-cadinol (15,9 – 5,3%) e globulol (14,8 – 6,7%). A secagem em 65 °C elevou o constituinte majoritário do OE de folhas de pitangueira, viridifloreno+curzereno.

**Palavras-chave:** *Eugenia uniflora* L., planta medicinal, aromática, método de secagem, viridifloreno+curzereno.

## **YIELD AND COMPOSITION OF ESSENTIAL OILS FOUND IN SURINAM CHERRY LEAVES IN DIFFERENT DRYING CONDITIONS.**

### **ABSTRACT**

The Surinam cherry tree is native to the Brazilian Atlantic Rainforest. Besides bearing fruit, it is also endowed with medicinal and aromatic properties. Its essential oil is widely used in the cosmetic industry due to its antioxidant properties and the pleasant aroma it possesses. The drying of herbs is of extreme importance since it allows preservation of the product for a long period in terms of active properties such as aroma, flavor and color. As the Surinam cherry is a semi-deciduous plant, its leaves are harvested in a concentrated time of year in southern Brazil (summer), the adoption of techniques for drying and storage are important to maintain the supply of raw materials for industrial production of essential oils and teas throughout the year. This study aimed to evaluate the effects that drying conditions may have on the content and composition of the essential oil extracted from leaves harvested in the offseason.(autumn). The plant material was collected in the municipality of Turvo - PR in June 2012. The experimental design was completely randomized in a factorial 3x6 comparing drying methods at (room temperature, 45 °C and 65 °C) and the drying periods (0, 6, 24, 48, 72 and 96 hours), totaling 18 treatments with three replications, each using 4 kg of Surinam cherry leaves. The extraction of essential oil was accomplished by hydro distillation in Clevenger from 50 grams of leaves for four hour periods. Overall the drying process increased the yield of essential oil, from 2.21 ( $\mu\text{L} \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{MS}$ ) before drying and 3.97 ( $\mu\text{L} \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{MS}$ ). having been recorded after the drying of the leaves. The major components of the oil were viridiflorenol + curzerene (21.06% - 11.70%), alpha-cadinol (15.9 - 5.3%) and globulol (14.8 - 6.7%). Drying at 65 °C increased the amounts of major components of the EO in Surinam Cherry leaves, viridifloreno + curzerene.

**Keywords:** *Eugenia uniflora* L., herbal remedy, aromatic, drying method, viridifloreno + curzerene.

### 3.1 INTRODUÇÃO

A pitangueira (*Eugenia uniflora* L.) é uma espécie nativa, encontrada na caatinga, cerrado e principalmente na mata atlântica (CORADIN *et al.*, 2011; LORENZI, 2002). As folhas são comercializadas secas para uso na forma de chás no combate de febres, hipertensão e reumatismo, ou ainda para obtenção de óleo essencial, importante matéria-prima da indústria de cosméticos, devido as suas propriedades antioxidantes, adstringentes e odor agradável. O teor de óleo essencial (OE) extraído das folhas por hidrodestilação, também conhecido como "Surinam Cherry" e "Brazilian Cherry", está entre 0,74% a 1,8%. (MAY *et al.*, 2007; MELO *et al.*, 2007; LORENZI & MATOS, 2008; GALLUCCI *et al.*, 2010; MALAMAN, 2011).

A composição do OE de pitangueira pode variar, além da interferência direta dos fatores climáticos e ambientais, estudos preliminares indicam que a mudança na composição do OE de folhas de pitangueira está associada a coloração dos frutos. Segundo COSTA *et al.* (2010) plantas com frutos amarelos, vermelho escuro e roxo apresentaram altas percentagens de germacreno B (11,1 - 30,7%), germacrona (9,8 - 54%) e atractilona (0 - 19,9%), plantas com frutos vermelho - claro apresentam como constituintes majoritários o curzereno (42,0 - 43,2%), germacreno D (8,7 - 9,0%) e germacreno A (5,9 - 8,9%). Enquanto que plantas com frutos vermelho-alaranjado possuem em sua composição selina-1,3,7(11)-trien-8-ona (40,3 - 55,4%) e epóxido de selina-1,3,7(11)-trien-8-ona (12,7 - 24,4%).

Como a pitangueira é uma espécie semi-decídua, a utilização de técnicas de secagem, garantem a comercialização das folhas ao longo do ano. A secagem de plantas aromáticas pode ser natural ou artificial, quando realizada naturalmente, geralmente é efetuada à sombra e em temperatura ambiente; enquanto a secagem artificial é feita em secadores com ou sem ventilação forçada (CORRÊA JUNIOR *et al.*, 2006).

O processo de secagem facilita o transporte e a comercialização das plantas medicinais e aromáticas, permitindo que as plantas sejam embaladas e armazenadas de modo a atender o fornecimento de matéria-prima para indústria ao longo do ano. Além disso, neste processo há redução da atividade de água, podendo resultar em elevação dos teores dos compostos presentes no óleo essencial (BARBOSA *et al.*, 2006; CORRÊA JUNIOR *et al.*, 2006; CELESTINO, 2010).

Especificamente em relação às espécies aromáticas a técnica de secagem é essencial, pois alguns materiais vegetais necessitam da secagem para que ocorra a redução do teor de umidade e a ruptura das células que contém o OE. Estudos realizados com o eucalipto

(MOCHI, 2005), e com capim limão (MARTINAZZO, 2006), indicam que temperaturas de secagem entre 50 °C e 65 °C facilitam o rompimento das células lisígenas internamente ao parênquima resultando em aumento dos teores de óleos essenciais.

Em espécies como o manjerição e menta, que possuem estruturas externas para armazenamento de óleos essenciais como tricomas, tricomas glandulares e tricomas glandulares peltados, altas temperaturas de secagem podem reduzir o teor de OE com o rompimento da célula e extravasamento do óleo essencial pela volatilização (DESCHAMPS *et al.*, 2006; CORRÊA JUNIOR *et al.*, 2006). Portanto o método e a temperatura de secagem a serem adotadas, afetam o teor e a composição de OE, em diversas espécies (BARBOSA *et al.*, 2006; ABDELMAGEED *et al.*, 2011).

Até o momento, não há informações sobre os métodos de secagem de *Eugenia uniflora* L. que resultem em maior liberação do óleo essencial de suas folhas e possibilite a manutenção dos seus constituintes. Este trabalho teve como objetivo, avaliar temperaturas e períodos de secagem, de forma a manter o teor e a composição do óleo essencial de folhas de pitangueira.

### 3.2 MATERIAL E MÉTODOS

O experimento foi conduzido em Curitiba-PR, Setor de Ciências Agrárias, Laboratório de Ecofisiologia Vegetal, Universidade Federal do Paraná. As folhas foram colhidas no município de Turvo-PR, altitude 1.040 m, latitude 25 ° 02' 34 " S, longitude 51 ° 31 ' 47" W, região central do Paraná, em junho de 2012.

Para condução do experimento, foram coletadas folhas de dez plantas sob mesmas condições de declive e insolação, sendo a coleta realizada manualmente, com tesoura de poda, totalizando 15 quilos. As folhas de pitangueira foram transportadas em sacos de ráfia acondicionadas em caixas de papelão, no dia em que foram coleadas. Após recebimento, o material vegetal foi homogeneizado, com a separação dos ramos lenhosos e folhas danificadas. Para avaliar a secagem em diferentes temperaturas (45 °C e 65 °C), foram distribuídos de 4 kg de folhas frescas de pitangueira em cada uma das três prateleiras internas de dois secadores com altura externa de 1,80 m, altura interna de 1,00 m, largura externa de

1,10 m e largura interna de 0,90 m, com ventilação forçada de mesma marca e modelo (NOVA ÉTICA<sup>®</sup>).

Para avaliar a secagem natural em ambiente, as folhas foram mantidas na bancada (Figura 2), sem incidência direta de luz solar no local, sendo utilizada a mesma quantidade de folhas (4 kg) e 3 repetições com temperatura média ambiente de 19,2 °C e umidade relativa média de 69% durante o período do experimento (4 a 9 de junho de 2012), determinadas com termo-higrômetro marca THERMO DIGITAL<sup>®</sup>.

Amostras de 300 gramas de folhas foram coletadas sucessivamente, para avaliação nos diferentes períodos de secagem testados, sendo destinadas para extração de óleo essencial e determinação do teor de umidade.



**FIGURA 2:** Secagem em ambiente (bancada). Curitiba-PR, 2012.

A extração do OE foi realizada por hidrodestilação (BIASI & DESCHAMPS, 2009), em aparelho graduado tipo Clevenger e balão volumétrico de 2000 mL, durante 4 horas, seguindo recomendações da Farmacopéia Brasileira (ANVISA, 2010). Utilizando 50 gramas de folhas frescas com umidade média de 67% e também de folhas secas conforme os períodos de secagem, sendo a variação no teor de umidade entre 62% a 0,01%, com adição de 1000 mL de água destilada. Utilizaram-se amostras de 10 gramas para determinação da umidade, após secagem em secador SOLAB SL 100<sup>®</sup> a 60 °C até massa constante.

As amostras de OE foram coletadas com micropipetas de precisão (100 – 1000 µL) e centrifugadas por 2 minutos a 50x100 rpm. A identificação e quantificação dos constituintes de OE das folhas de *Eugenia uniflora* L. foram realizadas na Embrapa Agroindústria de Alimentos – Rio de Janeiro – RJ por cromatografia em gás.

O equipamento utilizado foi o cromatógrafo Agilent 7890A, equipado com detector de ionização por chama (FID), operado a 250 °C em coluna HP5 (30 m de comprimento, 0,25



mm de diâmetro interno e 0,25 µm de espessura de filme), utilizando-se o hidrogênio como gás de arraste (1,0 mL min.<sup>-1</sup>). Para cada amostra, foi feita a injeção de 1,0 µL, em injetor aquecido entre 250 °C - 280 °C, operando no modo com divisão de fluxo (1:5). A programação de temperatura do forno foi de 60 °C a 240 °C a uma taxa de aquecimento de 3 °C/min. Os espectros de massas foram obtidos acoplados a um cromatógrafo, empregando a mesma coluna cromatográfica, nas mesmas condições acima, utilizando Hélio como o gás de arraste (1 mL /min.). Utilizou-se ionização eletrônica a 70eV. A fonte de ionização, (70 eV) foi mantida a 220 °C, o analisador a 150 °C e a linha de transferência a 260 °C. A taxa de aquisição de dados foi de 3,15 varreduras/s (scans/s), na faixa de 40 a 500 Da.

Os índices de retenção lineares foram calculados a partir dos tempos de retenção dos componentes dos óleos essenciais e os de uma série homóloga de n-alcanos injetados na mesma coluna e com as mesmas condições de análise acima (VAN DEN DOOL & KRATZ, 1963).

Para a identificação dos componentes dos óleos, seus espectros de massas foram comparados com dados da espectroteca Wiley 6th edition e também por verificação de seus índices de retenção linear com dados da literatura (ADAMS, 2007). Um componente foi considerado identificado quando tanto o espectro de massas quanto o índice de retenção foram compatíveis com valores padrões. Os valores de área normalizada foram expressos em porcentagem. Neste estudo, os resultados apresentados para composição de OE, são dos compostos identificados na cromatografia em quantidade de pelo menos 1%, em algum momento da secagem e somente dos compostos presentes em amostras de OE obtidas através dos três métodos de secagem avaliados.

A determinação do teor de OE das amostras foi realizada a partir do cálculo da densidade sendo os valores corrigidos para massa seca, com a determinação da porcentagem da umidade de sub-amostras, com 10 gramas de folhas por repetição.

O experimento foi conduzido em delineamento inteiramente casualizado em fatorial, comparando o teor e a composição de OE em folhas de pitangueira, submetidas a três métodos (temperatura ambiente média de 19,5 °C, temperaturas controladas de 45 °C e 65 °C) e seis períodos de secagem (0, 6, 24, 48, 72 e 96 horas) com três repetições. As variâncias dos tratamentos foram testadas quanto à homogeneidade, pelo teste de Bartlett. As médias foram comparadas pela análise de variância, com o auxílio do programa estatístico ASSISTAT (SILVA & AZEVEDO, 2006).

### 3.3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

#### 3.3.1 Teor de óleo essencial

A análise de variância dos métodos e períodos de secagem demonstrou que quando as folhas de pitangueira foram submetidas à secagem em temperatura de 65 °C houve elevação dos teores de OE's. Resultados que se assemelham aos encontrados por MOCHI (2005) estudando secagem em eucaliptos (*Eucalyptus camaldulensis*). Entretanto, o teor médio de OE obtido pela secagem em ambiente foi semelhante ao da secagem em 45 °C (Tabela 1).

**TABELA 1:** Teor de médio de óleo essencial de folhas de pitangueira em diferentes métodos e períodos de secagem. Valores em ( $\mu\text{L} \cdot \text{g}^{-1}$ , MS).

Períodos (horas)	Método de secagem		
	Ambiente	45 °C	65 °C
<b>0</b>	2,49 aAB	2,21 aB	2,52 aABC
<b>6</b>	2,16 aAB	1,99 aB	2,55 aABC
<b>24</b>	2,07 bB	3,97 aA	1,68 bC
<b>48</b>	3,49 aA	1,10 bB	3,38 aAB
<b>72</b>	1,62 bB	1,98 bB	3,82 aA
<b>96</b>	1,66 aB	1,82 aB	2,44 aBC
<b>CV(%)</b>	<b>23,55</b>		

Médias com mesmas letras minúsculas nas linhas e maiúsculas nas colunas não diferem estatisticamente pelo Teste de Tukey a 5% de probabilidade.

CV (%) - Coeficiente de Variação.

A análise de regressão realizada no ASSISTAT (SILVA & AZEVEDO, 2006), não foi apresentada, porque o coeficiente de determinação foi muito baixo para as equações de 1º, 2º e 3º graus.

Nas folhas de pitangueira, o OE está localizado no parênquima paliçádico e nas nervuras foliares, sendo presente em cavidades secretoras ou os chamados canais oleíferos (FIUZA *et al.*, 2008). Com a elevação da temperatura de secagem e a retirada de água das células, geralmente ocorre o rompimento nos tecidos vegetais (PIMENTEL *et al.*, 2012).

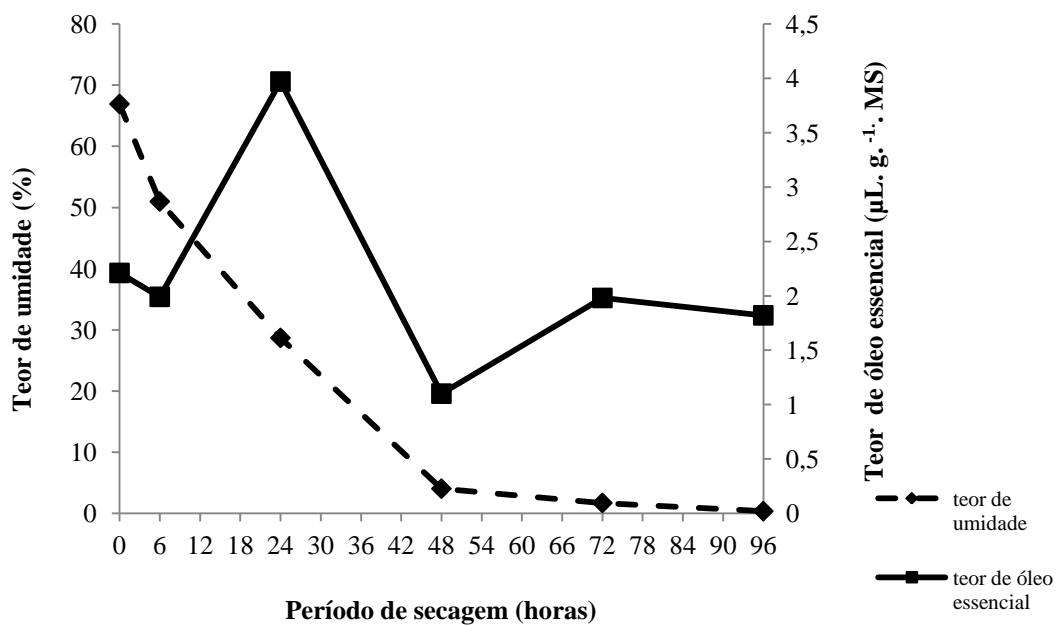
Deste modo, quando a pitangueira foi exposta a secagem à 65°C e em períodos de 48 e 72 horas, com a retirada rápida de água o rompimento das estruturas internas da folha (canais oleíferos) foi facilitado, ocasionando o extravasamento do conteúdo volátil, fazendo com que

o óleo essencial presente nas cavidades secretoras do parênquima paliçádico fosse liberado, resultando em maiores teores de óleo essencial.

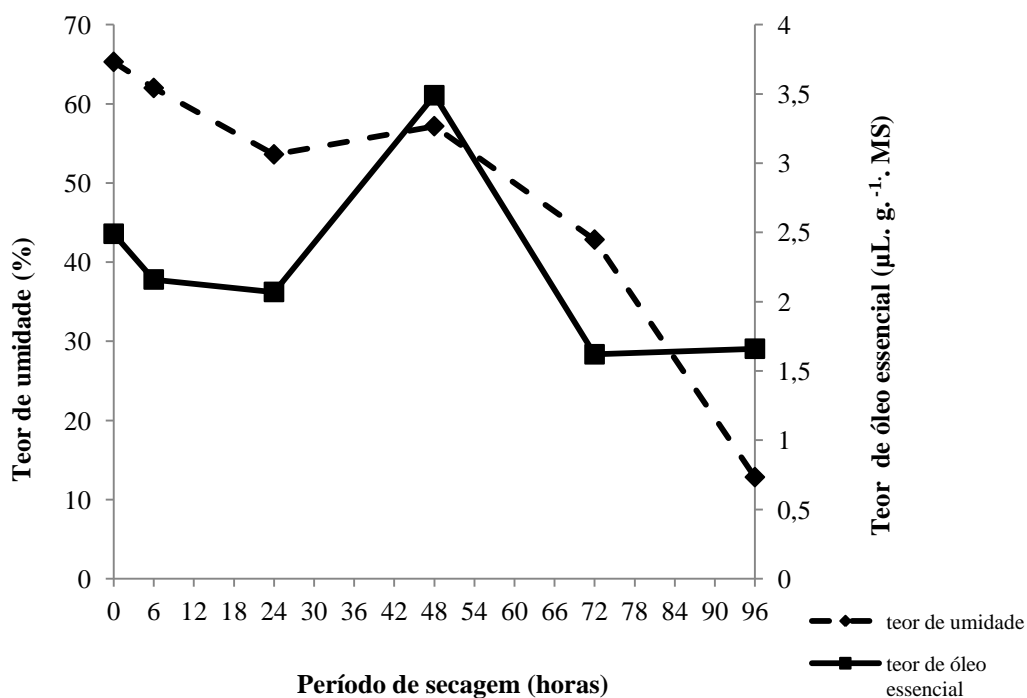
MOCHI (2005), comparando o teor de OE em folhas frescas e secas de eucaliptos (*Eucalyptus camaldulensis*) à 45 °C, 50 °C, 55 °C, 60 °C, 65 °C e 70 °C durante uma hora, observou em seu estudo, que a secagem à 65°C resultou em maiores teores de OE (3,49%), superiores às outras temperaturas. Para folhas frescas obteve 0,64% enquanto que em folhas secas à 70 °C os teores de OE foram iguais a 3,43%. Foi constatado um aumento de 5,5 vezes no teor de OE de eucalipto, obtido de folhas secas em 65 °C, quando comparado à folhas frescas. Tais resultados se assemelham aos obtidos no presente trabalho, quando as folhas de pitangueira foram secas em temperatura de 65 °C, nos períodos de 48 e 72 horas, houve aumento significativo nos teores de óleo essencial (Tabela1), sendo ambas as plantas relatadas pertencentes à família *Myrtaceae*.

Em outras espécies, principalmente da família *Lamiaceae*, que possuem estruturas externas (tricomos glândulares) na cutícula e nas paredes externas, a elevação de temperatura pela secagem pode tornar o processo inviável. Em temperaturas elevadas, há perdas dos compostos mais voláteis, como foi verificado em *Tanaecium nocturnum*, houve redução significativa no teor de OE após a secagem (PIMENTEL *et al.*, 2008).

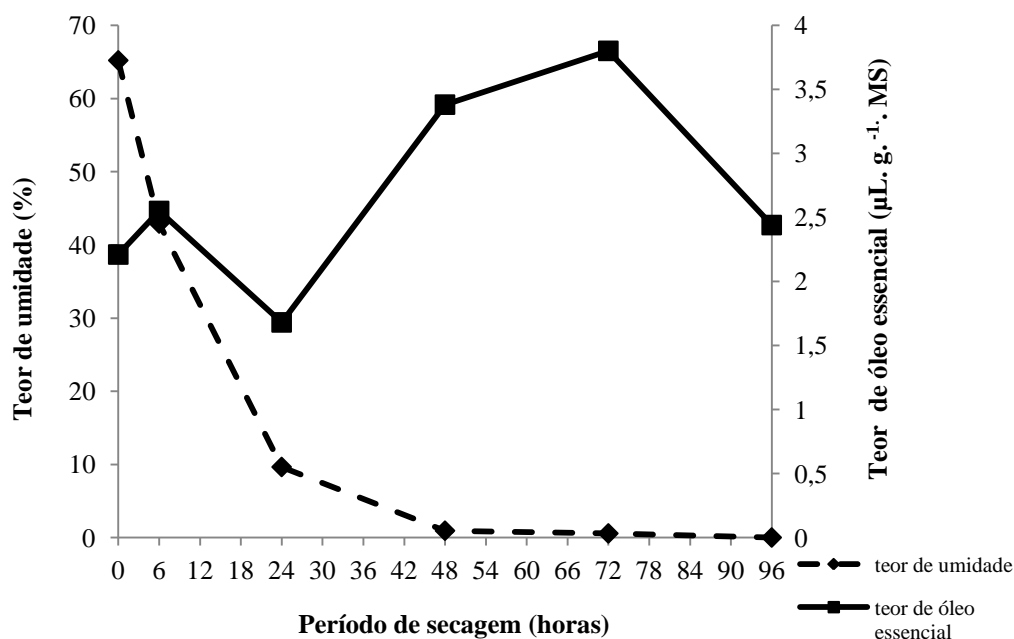
Para os períodos de secagem avaliados, foi observado que a secagem por 24 horas e em temperatura de 45 °C elevaram os teores de OE em folhas de pitangueira (Figura 3). Essa elevação no teor de OE foi constatada ainda, quando a secagem foi realizada por 48 horas e em temperatura ambiente (Figura 4), como também no período de secagem de 72 horas e em temperatura de 65 °C (Figura 5). Os teores de OE observados nestas condições de secagem, não diferiram significativamente entre si.



**FIGURA 3:** Teores médios de umidade e de óleo essencial de folhas de pitangueira secas a 45 °C. Curitiba-PR, 2012.



**FIGURA 4:** Teores médios de umidade e de óleo essencial de folhas de pitangueira secas em temperatura ambiente. Curitiba-PR, 2012.



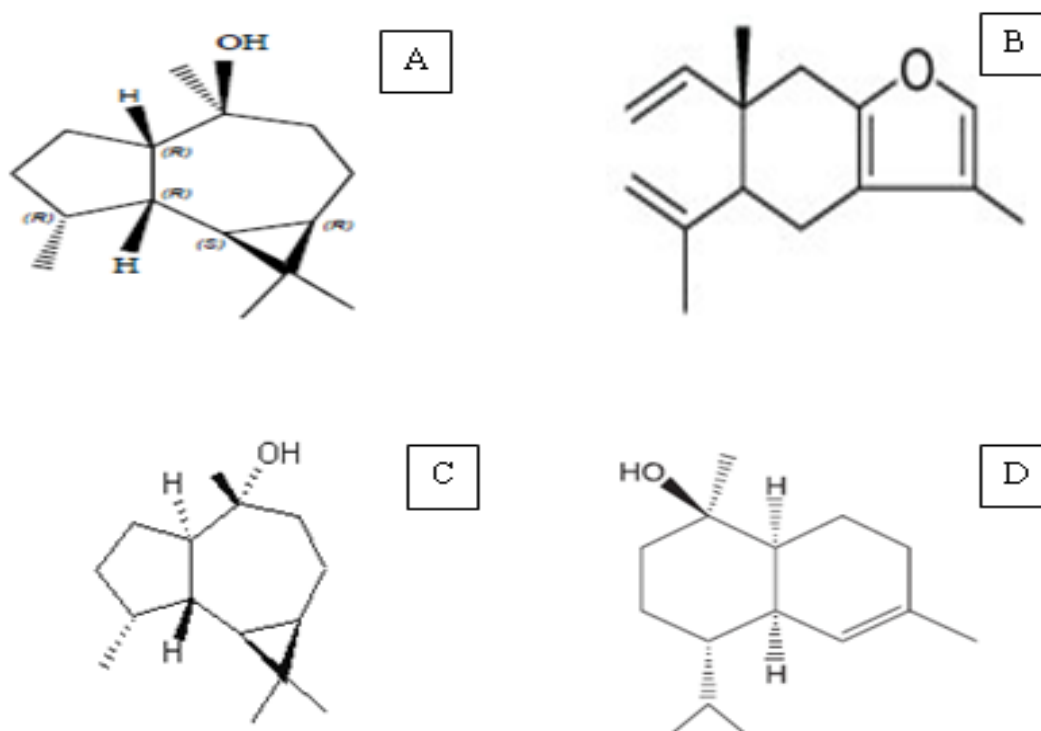
**FIGURA 5:** Teores médios de umidade e de óleo essencial de folhas de pitangueira secas a 65 °C. Curitiba-PR, 2012.

Os teores de OE obtidos neste estudo encontram-se entre 3,97 a 1,10 ( $\mu\text{L. g}^{-1}$ . MS) (Tabela 1), assemelhando-se aos resultados relatados por MAY *et al.* (2007), quando avaliaram o teor de OE em folhas de pitangueira (frescas, inteiras, trituradas e congeladas) e observaram que houve variação entre 4,0 e 2,0 ( $\mu\text{L. g}^{-1}$ . MS). De acordo com MORAIS (2009), a época de coleta das plantas influencia na variação do teor de OE, a semelhança existente nos dados obtidos neste estudo com os relatados por MAY *et al.* (2007), provavelmente ocorreu devido a coincidência com a época de coleta das folhas de pitangueira (outono). Além disso, a pitangueira não é uma espécie exigente a tipos de solos e clima, adaptando-se bem em diferentes condições (CORADIN *et al.*, 2011).

Diante dos resultados obtidos, a técnica da secagem é recomendada para folhas de pitangueira, a ser utilizada com matéria-prima na obtenção de OE. Observou-se um aumento nos teores de OE, após a secagem em todos os métodos avaliados.

### 3.3.2 Composição do óleo essencial

Os resultados indicam que os constituintes majoritários da pitangueira do município de Turvo-PR são viridifloreno+curzereno, globulol e alfa-cadinol.



**FIGURA 6:** Constituintes majoritários do óleo essencial de folhas de *E. uniflora* L.; (A) viridifloreno; (B) curzereno; (C) globulol; (D) alfa-cadinol. Fonte: (A) LOPES, 2008; (B) CHANG *et al.*, 2011; (C) CARDOSO *et al.*, 2008; (D) MELO *et al.*, 2007. Curitiba - PR.

No presente estudo, o constituinte curzereno que segundo a Farmacopéia Brasileira (ANVISA, 2010) é o composto característico da pitangueira, foi identificado associado ao viridifloreno não sendo possível a separação devido ao equipamento utilizado para determinar a cromatografia. Os teores constatados variaram entre 11,7% a 21,6% (Tabela 2). De acordo com estudos preliminares, esta variação nos teores de curzereno está associada a grande variabilidade genética da pitangueira e também a fatores climáticos. Como verificado níveis de 2,85% de curzereno em Uberlândia - MG (CHANG *et al.*, 2011) e de 7,8% de curzereno em Erechim - RS (BRUN & MOSSI, 2010). Em outras *Myrtaceas* como eucaliptos, também foi constatado que época de colheita e o local interferem na composição do OE (CASTRO *et al.*, 2008).

**TABELA 2:** Teor de viridifloreno+ curzereno em óleo essencial de folhas de pitangueira em diferentes métodos e períodos de secagem.

Composto	IR médio	Método	Período de Secagem (horas)					
			0	6	24	48	72	96
viridifloreno + curzereno	1498	Ambiente	15,8	18,6	13,1	16,6	12,4	16,3
		45°C	13,8	16,7	20,1	11,7	12,0	13,5
		65°C	18,4	16,4	12,5	18,3	21,6	20,7

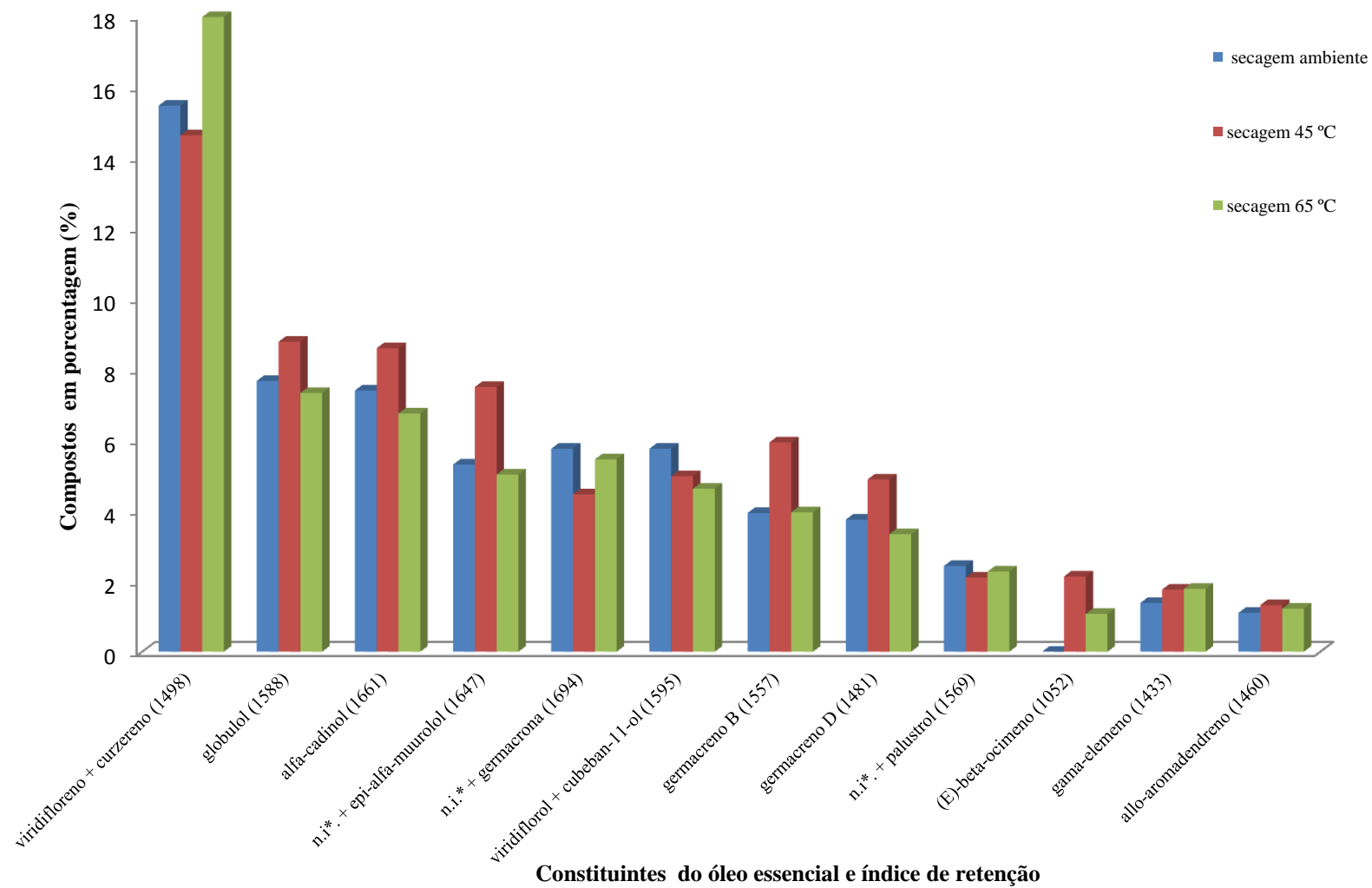
COSTA *et al.*(2010), associa a variação na composição do OE de folhas pitangueira com a coloração dos frutos, atribuindo a plantas de frutos vermelho-claro o constituinte curzereno como majoritário, observando teores entre 42,0% a 43,2%. No presente trabalho, foi constatado como constituinte majoritário o curzereno associado ao viridifloreno, em níveis inferiores aos observados por COSTA *et al.* (2010), (11,7% - 21,0%). Sendo que para obtenção de OE, foram coletadas folhas de pitangueira com frutos vermelho-claro. Relacionando a presença de curzereno como constituinte majoritário do OE de plantas com frutos vermelho-claro, os resultados obtidos assemelham-se ao relatado.

Para as amostras analisadas, além do curzereno, o alfa cadinol e o globulol foram os constituintes majoritários. De acordo com PRIPDEEVECH *et al.* (2010), a atividade antifúngica e antioxidante é atribuída a presença destes elementos. Além disso, a constatação de germacreno D, nas amostras é interessante, pois este elemento possui propriedades bactericidas, como verificado por MAIA *et al.* (2010) e também antioxidantes (SOUZA *et al.*, 2007).

Quando a secagem foi realizada à 65°C, observou-se aumento ou estabilidade de 17% dos constituintes do OE de pitangueira (gama elemeno e viridifloreno+curzereno). Para temperatura ambiente, 25% dos compostos mostraram estabilidade ou tendência em aumentar (ni + germacrona, viridiflorol + cubeban-11-ol e ni + palustrol). Entretanto, a secagem à 45 °C possibilitou a manutenção e/ou elevação de 58% dos teores dos constituintes presentes no OE de pitangueira (globulol, alfa-cadinol, allo-aromadendreno, (E)-beta-ocimeno, n.i. + epi-alfa-murolol, germacreno B, germacreno D) (Figura 7). Resultados semelhantes foram obtidos em secagem de *Mentha piperita* L. quando submetida à diferentes temperaturas (40 °C, 60 °C

e 80 °C) houve um aumento significativo dos compostos para secagem realizada à 40 °C (BLANCO *et al.*, 2000).





\*n.i. = não identificado

**FIGURA 7:** Composição média do OE de pitangueira em função das diferentes temperaturas de secagem. Curitiba-PR, 2012.

Apesar de a secagem em 65 °C elevar os teores do constituinte majoritário viridifloreno+curzereno, os resultados demonstraram que a secagem em 45 °C estabilizou a maioria dos princípios ativos do OE de pitangueira (Figura 7). De forma semelhante aos relatos de CORRÊA JUNIOR *et al.* (2006), verificando a secagem em diferentes plantas medicinais e aromáticas, concluíram que a temperatura de secagem ideal é determinada pela sensibilidade dos princípios ativos. Diante dos dados obtidos, neste estudo, a secagem em 45 °C é recomendada, pois ela preservou e/ou estabilizou em 58% os constituintes do OE das folhas de pitangueira.

Segundo MELO *et al.* (2007), o aroma característico para utilização do OE de pitangueira na fabricação de perfumes está associado à nove substâncias (globulol, alfa-cadinol, viridiflorol, espatulenol, beta elemeno, gama elemeno, germacrona, furanodieno+curzereno, atractylone), separadas por cromatografia, sendo que as substâncias furanodieno + curzereno, beta elemeno e germacrona destacaram-se das demais e quando combinadas, resultaram num aroma semelhante ao da fruta, verificado através de análise olfativa comparativa.

Resultados semelhantes foram relatados por BICAS *et al.* (2011), quando caracterizou o OE de pitangueira para utilização na indústria de aromas, constatando em sua composição a presença de curzereno, germacrona e germacreno B, como constituintes principais.

As análises de composição de OE de folhas de pitangueira avaliadas neste estudo, indicam que o quimiotipo identificado possui seis das substâncias olfativas (curzereno, globulol, alfa-cadinol, germacrona, viridiflorol e gama-elemeno), que caracterizam o aroma de pitangueira, interessante para indústria de cosméticos, relatado por MELO *et al.* (2007).

### 3.4 CONCLUSÕES

A secagem de folhas de pitangueira para obtenção de OE, pode ser realizada nos três métodos avaliados, resultando em elevação do teor de OE.

O período de secagem de 24 horas em temperatura controlada de 45 °C pode ser adotado como técnica de pós-colheita para folhas de pitangueira. Além de aumentar o teor de OE, estabilizou a maioria dos constituintes, sendo interessante para obtenção do OE, a ser utilizado como matéria-prima, na fabricação de cosméticos já que o constituinte majoritário constatado nesta temperatura foi o globulol que possui propriedades antioxidantes.

A secagem adotada como técnica de pós-colheita em temperatura controlada de 65 °C promove a elevação dos teores de OE e do constituinte majoritário viridifloreno + curzereno em folhas de pitangueira. O óleo essencial obtido de folhas de pitangueira do município de Turvo-PR, possui em sua composição, seis substâncias aromáticas identificadas como olfativas (curzereno, globulol, alfa-cadinol, germacrona, viridiflorol e gama-elemeno), interessantes para a aplicação como matéria-prima na indústria de cosméticos.

### REFERÊNCIAS

ABDELMAGEED, A. H. A; FARIDAH, Q. Z; ARMALINA, N. A; YAACOB, M. The influence of organ and post-harvest drying period on yield and chemical composition of the essential oils of *Etlingera elatior* (Zingiberaceae). **Journal of Medicinal Plants Research**. Nigeria. v. 5, n. 15, p. 3432 - 3439, 2011.

ADAMS, R. P. **Identification of Essential Oil Components by Gas Chromatography / Mass Spectrometry**. New York: Allured Publishing. p. 804, 2007.

ANVISA, **Farmacopéia Brasileira Volume II**. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Brasília. DF. 5ª Ed. p.1206. Disponível em: [http://www.anvisa.gov.br/hotsite/cd\\_farmacopeia/index.htm](http://www.anvisa.gov.br/hotsite/cd_farmacopeia/index.htm). Acesso em: 03/09/2011.

BLANCO, M.C.S.G.; MING, LC.; MARQUES, M.O.M.; BOVI, O.A. Influência da temperatura de secagem no teor e na composição química do óleo essencial de menta. **Horticultura Brasileira**. Brasília-DF. v.18, p. 901 - 903, 2000.

BARBOSA, F.F. BARBOSA, L.C; MELO, E.C; BOTELHO, F.M; SANTOS, R.H. Influência da temperatura do ar de secagem sobre o teor e a composição química do óleo essencial de *Lippia alba* (Mill) N. E. Brown. **Química Nova**. São Carlos -SP. v. 29. n. 6, p.1221 - 1226, 2006.

BIASI, L.A; DECHAMPS, C. **Plantas Aromáticas. do Cultivo à Produção de Óleo Essencial**. Ed. Layer Graf. Curitiba. p. 7 - 32, 2009.

BICAS, J.L; MOLINA, G; DIONÍSIO, A.P; CAVALCANTE, F.F; WAGNER, R; MARÓSTICA, M.R; PASTORE, G.M. Volatile constituents of exotic fruits from Brazil. **Food Research International**. v. 44 , p. 1843 - 1855, 2011.

BRUN, G.R; MOSSI, A. J. Caracterização química e atividade antimicrobiana do óleo volátil de pitanga (*Eugenia uniflora* L.). **Revista Perspectiva**. Florianópolis-SC. v. 34. n. 127, p. 135 - 142, 2010.

CARDOSO, C. L. A; SILVA, J. R. M; KATAOKA, V. M. F; BRUM, C. S; POPPI, N. R. Avaliação da atividade antioxidante, toxicidade e composição química por CG-EM do extrato hexânico das folhas de *Campomanesia pubescens*. **Revista de Ciências Farmacêuticas Básica e Aplicada**. Araraquara-SP. v. 29, p. 297 - 301; 2008.

CASTRO, N.E.A; CARVALHO, G.J; CARDOSO, M.G; PIMENTEL, F.A; CORREA, R.M; GUIMARÃES, L.G.L. Avaliação de rendimento e dos constituintes químicos do óleo essencial de folhas de *Eucalyptus citriodora* Hook. colhidas em diferentes épocas do ano em municípios de Minas Gerais. **Revista Brasileira de Plantas Mediciniais**. Botucatu-SP. v. 10. n. 1, p. 70 - 75, 2008.

CHANG, R; MORAIS, S.A.L; NAPOLITANO, D.R; DUARTE, K.C; GUZMAN, V.B; NASCIMENTO, E.A. A new approach for quantifying furanodiene and curzerene. A case study on the essential oils of *Eugenia uniflora* (pitangueira) leaves. **Brazilian Journal of Pharmacognosy**. Curitiba-PR. v. 21. n. 3, p. 392 - 396, 2011

CELESTINO, S.M.C. **Princípios de Secagem de Alimentos**. Documentos 276. Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária. Embrapa Cerrados. Ministério de Agricultura, Pesca e Abastecimento. ISSN - on line – 2176 5081. Planaltina-DF. 36 p, 2010.

CORADIN, L; SIMINSKI, A; REIS, A. **Espécies nativas da flora brasileira de valor econômico atual ou potencial**. Plantas para o futuro - região sul. Ministério do Meio Ambiente. Brasília-DF. p.173 - 176. Disponível em: <[http://www.mma.gov.br/estruturas/sbf2008\\_dcbio/ebooks/regiao\\_sul/](http://www.mma.gov.br/estruturas/sbf2008_dcbio/ebooks/regiao_sul/)>. Acesso em: 10/08/2012.

CORRÊA JUNIOR, C; SCHEFFER, M.C; MING, LIN C. **Cultivo Agroecológico de Plantas Medicinais, Aromáticas e Condimentares**. Ministério do Desenvolvimento Agrário. Brasília-DF. p. 58 - 65, 2006.

COSTA, D.P; FILHO, E.G.A; SILVA, L.M.A; SANTOS, S.C; PASSOS, X.S; SILVA, M.R.R; SERAPHIN, J.C; FERRI, P.H. Influence of fruit biotypes on the chemical composition and antifungal activity of the essential oils of *Eugenia uniflora* Leaves. **Journal Brazilian Chemical Society**. Campinas-SP. v. 21. n. 5, p. 851 - 858, 2010.

DESCHAMPS, C; ZANATTA, J. L; ROSWALKA, L; OLIVEIRA, M. C; BIZZO, H. R; ALQUINI, Y. Densidade de tricomas glandulares e produção de óleo essencial em *Mentha arvensis* L., *Mentha x piperita* L. e *Mentha cf. aquatica* L. **Ciência e Natura**. Santa Maria-RS. v. 28. n. 1, p. 23 - 34, 2006.

FIUZA, T.S; REZENDE, M.H; SABÓIA, S.M.T; BARA; M.T; TRESVENZOL, L.M.F; PAULA, J.R. Caracterização farmacognóstica das folhas de *Eugenia uniflora* L. (Myrtaceae). **Revista Eletrônica de Farmácia**. Goiania-GO. v. 5. n. 2, p. 21 - 31, 2008.

GALLUCCI, S; PLACERES-NETO.A; PORTO, C; BARNIZAN, D. COSTA, I; MARQUES, K; BENEVIDES, P; FIGUEIREDO, R. Essential Oil of *Eugenia uniflora* L.: An industrial perfumery approach. **Journal of Essential Oil Research**. Italy. v. 22, p. 176 - 179, 2010.

LIRA JR. J.S; BEZERRA, J.E.F; LEDERMAN, I.E; SILVA JR. J. F. **Pitangueira**. Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária - IPA. Recife - PE. 74 p, 2007.

LORENZI, H; MATOS, F. J. A. **Plantas medicinais no Brasil nativas e exóticas**. 2ª. Ed. Instituto Plantarum. Nova Odessa – SP. p. 11 - 25; p. 387 - 388, 2008.

LOPES, M.M. **Composição química, atividade antibacteriana e alelopática dos óleos essenciais de *Eugenia Uniflora* L. e *Myrciaria glazioviana* G.M Barroso & Sobral (Myrtaceae)**. p. 22.Viçosa. Dissertação. (Mestrado em Agroquímica) Universidade Federal de Viçosa, Minas Gerais, 2008.

MAIA, A.I.V; TORRES, M.C.M; PESSOA, O.D.L; MENEZES, J.E.S.A; COSTA, M.O; NOGUEIRA, V.L.R; MELO, V.M.M; SOUZA, E.B; CAVALCANTE,G.B; ALBULQUERQUE, M.J.R. Óleos essenciais das folhas de *Vernonia remotiflora* e *Vernonia brasiliiana*: composição química e atividade biológica. **Química Nova**. São Carlos-SP. v. 33. n. 3, p. 584 - 586, 2010.

MALAMAN, F.S; MORAES, L.A.B; WEST, C; FERREIRA, N.J; OLIVEIRA, A.L. Supercritical fluid extracts from the Brazilian cherry (*Eugenia uniflora* L.):Relationship between the extracted compounds and the characteristic flavour intensity of the fruit. **Food Chemistry**. California. v. 124, p. 85 - 92, 2011.

MARTINAZZO, A.P. **Secagem, armazenamento e qualidade de folhas de *Cymbopogon citratus* (D.C.) Stapf**. p.101. Viçosa. Tese (Doutorado em Engenharia Agrícola) – Universidade Federal de Viçosa. Minas Gerais, 2006.

MAY, A; MORAES, A.R.A; PINHEIRO, M.Q - Teor de Óleo Essencial de Pitanga. em Função de Tratamentos Pós-colheita. **Revista Caatinga**. Mossoró-RN. v. 3, p. 186 - 190, 2007.

MELO, R. M; CORRÊA, V. F. S; AMORIM, A.C.L; MIRANDA, A. L. P; REZENDE, C. M. Identification of impact aroma compounds in *Eugenia uniflora* L. (Brazilian Pitanga) leaf oil. **Journal of Brazilian Chemical Society**. Campinas-SP. v. 18. n. 1, p. 179 - 183, 2007.

MOCHI, V.T. **Efeito da temperatura de secagem no rendimento do óleo essencial e teor de 1,8-cineol presentes nas folhas de *Eucalyptus camaldulensis***. p. 38 - 39. Campinas. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química). Unicamp. São Paulo, 2005.

MORAIS, L.A.S. Influência dos fatores abióticos na composição química dos óleos essenciais. **Horticultura Brasileira**. Brasília-DF. v. 27. n. 2, p. S4050 - S4063, 2009 (CD-Rom).

PIMENTEL, F.A; CARDOSO, M.G; ANDRADE,M.A; ZACARONI, L.M; GUIMARÃES, L.G. L. Influência da secagem sobre o rendimento e composição química dos compostos voláteis das raízes de *Piper piscatorium* Trel. & Yunck. (Piperaceae). **Química Nova**. São Carlos-SP. v. 35. n. 4, p. 715 - 718, 2012.

PIMENTEL, F.A; CARDOSO, M.G; ANDRADE, M.A; ZACARONI, L.M; GUIMARÃES, L. G. L; SALGADO, A. P. S. P; FREIRE, J; MUNIZ, F. R; MORAIS, A. R. Influência da temperatura de secagem sobre o rendimento e a composição química do óleo essencial de *Tanaecium nocturnum* (Barb. Rodr.). Bur. & K. Shum. **Química Nova**. São Carlos-SP. v. 31. n. 3, p. 523 - 526, 2008.

PRIPDEEVECH, P; CHUKEATIROTE, E. Chemical compositions, antifungal and antioxidant activities of essential oil and various extracts of *Melodorum fruticosum* L. flowers. **Food and Chemical Toxicology**. USA. v. 48, p. 2754 - 2758, 2010.

SILVA, F. de A. S.; AZEVEDO, C. A. V. de. A new version of the assistat statistical assistance software. In: World Congress on Computers in Agriculture, 4. Orlando-FL-USA: Anais: **American Society of Agricultural Engineers**. Orlando. p. 393 - 396, 2006.

SOUZA, T.J. T; APEL, M.A; BORDIGNOM, S; MATZENBACHER, N.I; ZUANAZZI, J.A.S; HENRIQUES, A.T. Composição química e atividade antioxidante do óleo volátil de *Eupatorium polystachyum* DC. **Revista Brasileira de Farmacognosia**. Curitiba-PR. v. 17. n.3, p. 368 - 372, 2007.

VAN DEN DOOL, H.; KRATZ, P. D. A generalisation of retention index system including linear temperature programmed gas-liquid chromatography. **Journal of Chromatography**. Canada. v. 11, p. 463 - 471, 1963.

#### 4 CONDIÇÕES DE ARMAZENAMENTO DE FOLHAS DE PITANGUEIRA PARA MANUTENÇÃO DO TEOR DE ÓLEO ESSENCIAL E COLORAÇÃO DAS FOLHAS.<sup>1</sup>

##### RESUMO

O interesse na exploração econômica da pitangueira tem crescido nos últimos anos devido à aplicação do óleo essencial na indústria de cosméticos. Técnicas de pós-colheita são importantes para preservar a qualidade do óleo essencial de forma a atender aos padrões de mercado. Este estudo objetivou comparar o teor e composição de óleo essencial e a coloração de folhas de pitangueira armazenadas em diferentes tipos de embalagens e períodos. O experimento foi conduzido em Pinhais - PR de novembro de 2011 a maio de 2012, sendo as folhas colhidas manualmente de 10 plantas com DAP entre 20 e 32 centímetros e submetidas à secagem até atingirem 11% de umidade. O delineamento inteiramente casualizado e comparando períodos de armazenamento (0, 60, 120 e 180 dias) e embalagens (saco de rafia de polietileno com 70 g/m<sup>2</sup>, saco de polietileno transparente com 10 micras e saco de kraft<sup>®</sup> duplo com 200g/m<sup>2</sup> +saco de polietileno transparente com 10 micras) com 5 repetições, cada qual com 200 gramas de folhas. As folhas de pitangueira acondicionadas nas embalagens foram armazenadas em temperatura média de 24 °C e umidade relativa entre 46 e 83%. A extração do óleo essencial (OE) foi realizada por hidrodestilação em aparelho graduado Clevenger durante 4 horas e as amostras foram analisadas por cromatografia em fase gasosa acoplada a espectrômetro de massa. A coloração das folhas secas foi determinada por colorimetria com leituras em triplicatas. O armazenamento por período igual ou superior a 60 dias reduziu significativamente o teor de OE. As embalagens utilizadas não afetaram o teor de óleo essencial nem a coloração das folhas de pitangueira armazenadas. Folhas armazenadas por 180 dias em embalagens de polietileno apresentaram alteração nos teores de germacreno D, allo-aromadendreno e selina 3,7(11) diene. Os resultados demonstraram que a secagem alterou a coloração das folhas com a diminuição da coloração verde.

**Palavras-chave:** *Eugenia uniflora* L., planta medicinal, aromática, embalagem, pós-colheita, spray-dryer.

---

<sup>1</sup> Artigo submetido à Revista Horticultura Brasileira.



## STORAGE CONDITIONS TO MAINTAIN ESSENTIAL OIL YIELD AND COLOR OF CHERRY LEAVES

### ABSTRACT

The economic interest of cherry trees has grown in the last years because of the use of its essential oil by the cosmetic industry. Post-harvest conditions are important to preserve the essential oil quality to reach the market standards. This study aimed to compare the essential oil yield and composition as well as the leave color of cherry tree stored in packaging types and periods. The experiment was carried out in Pinhais - PR from November 2011 to May 2012 and the leaves were harvested manually from 10 plants with DBH between 20 and 32 centimeters and dried until 11% of moisture. The experimental to run was completely randomized comparing storage periods (0, 60, 120 and 180 days) and package types (polyethylene raffia bag with 70 g/m<sup>2</sup>, transparent polyethylene bag with 10 micron bag and kraft<sup>®</sup> double with 200g/m<sup>2</sup> + transparent plastic with 10 microns) with 5 replication, each one with 200 grams of leaves. It was then stored at temperature of 24 ° C and relative humidity between 46 and 83%. The essential oil extraction was performed by hydrodistillation during 4 hours and the samples were analyzed by gas chromatography coupled to a mass spectrometer. The leaves color was determined by colorimetry in triplicate readings. The results showed that the storage during 60 days or more reduced significantly the essential oil yield. The package types did not affect the essential oil yield and leaves color. Leaves stored during 180 days in polyethylene bags did not maintain the levels of germacrene D, and allo-aromadendrene selina 3.7 (11) diene. The leaves drying alter the color of leaves with decrease of the green coloration.

**Key words:** *Eugenia uniflora* L., herbal remedy, aromatic, packing, post harvest, spray-dryer.

#### 4.1 INTRODUÇÃO

A pitangueira é uma espécie nativa do Brasil, encontrada praticamente em todo território nacional, com ocorrência na caatinga, cerrado e principalmente na mata atlântica (CORADIN *et al.*, 2011; LORENZI, 2002). Conhecida popularmente pela produção de seu fruto que é consumido *in natura* e utilizado na fabricação de sucos e licores. Suas folhas são utilizadas para chás no combate à febres, hipertensão e reumatismo. Atualmente há grande interesse pela espécie devido ao óleo essencial presente nas folhas e que é utilizado como matéria-prima para a indústria de cosméticos (LORENZI & MATOS, 2008).

O óleo essencial de pitangueira possui principalmente sesquiterpenos e monoterpenos que conferem propriedades adstringentes, antioxidantes e aroma agradável, por este motivo vem sendo muito utilizado na fabricação de produtos corporais como sabonetes, xampus, cremes hidratantes, óleos e perfumes (GALLUCI *et al.*, 2010; MALAN *et al.*, 2011).

Por ser uma espécie semi-decídua, com colheita concentrada no verão, o desenvolvimento de técnicas de pós-colheita são importantes para garantir o fornecimento de matéria-prima para a indústria ao longo do ano. Portanto, há necessidade de determinar técnicas de armazenamento para conservar as folhas de pitangueira até o momento de extração do óleo essencial ou até a comercialização das folhas secas para consumo *in natura*.

Este trabalho teve como objetivo avaliar o teor, composição de óleo essencial e coloração de folhas de pitangueira frescas, secas e armazenadas em diferentes tipos de embalagens e períodos.

#### 4.2 MATERIAL E MÉTODOS

O experimento foi conduzido no município de Pinhais - PR, com altitude 893 m, latitude 25 ° 26 '41 " S, longitude 49 ° 11 ' 33" W, região metropolitana de Curitiba, de novembro de 2011 a maio de 2012.

As árvores de pitangueira da população estudada apresentavam como característica, frutos de coloração vermelho-escuro. Foram selecionadas pelo DAP (diâmetro à altura do peito) com o auxílio de fita métrica. Sendo selecionadas para suprirem a condução do experimento folhas de dez plantas com diâmetro variando entre 20 e 32 cm e com condições semelhantes de declive e insolação. Amostras de ramos frescos foram coletados para a

fabricação de exsiccatas, sendo posteriormente levadas ao Herbário da Faculdade Integrada Espírita, Curitiba-PR, onde se encontram tombadas com o registro HFIE 9.127. Para caracterização do solo do local onde foram coletadas as folhas de pitangueira, realizou-se coleta de amostras nas profundidades de 0 - 10 cm e 10 - 20 cm e as análises foram realizadas no laboratório de química e fertilidade do solo (Anexo 1). O pH SMP para a profundidade de 0 a 10 centímetros foi de 5,6,  $Al^{+3} = 0,30 \text{ cmol}_c/\text{dm}^3$ ;  $H+Al^{+3} = 6,70 \text{ cmol}_c/\text{dm}^3$ ,  $K = 0,36 \text{ cmol}_c/\text{dm}^3$ ,  $P = 4,60 \text{ mg}/\text{dm}^3$ ,  $C = 23,2\text{g}/\text{dm}^3$  e saturação de bases de 73%, para a profundidade de 10 a 20 centímetros, o pH SMP 5,3,  $Al^{+3} = 0,80 \text{ cmol}_c/\text{dm}^3$ ;  $H+Al^{+3} = 8,40 \text{ cmol}_c/\text{dm}^3$ ,  $K = 0,28 \text{ cmol}_c/\text{dm}^3$ ,  $P = 3,00 \text{ mg}/\text{dm}^3$ ,  $C = 18,2\text{g}/\text{dm}^3$  e saturação de bases de 66%.

As folhas foram colhidas com o auxílio de tesoura de poda, sendo em seguida separados os ramos lenhosos e frutos em início de formação, quando presentes. Após a coleta e separação, as folhas foram homogeneizadas e submetidas à secagem até 11% de umidade, sendo acondicionadas 200 gramas de folhas nas diferentes embalagens (saco de rafia de polietileno ( $70 \text{ g}/\text{m}^2$ ), saco de polietileno transparente (10 micras) e saco de kraft<sup>®</sup> duplo ( $200 \text{ g}/\text{m}^2$ ) + saco de polietileno transparente (10 micras), para o armazenamento

O equipamento utilizado para a secagem foi o secador a gás Akhenaton<sup>®</sup> (Anexo 4). A técnica de secagem utilizada no presente estudo foi em método de *spray drying* adaptada, sendo denominada de secagem em método *ecodryer*, ou seja, há apenas controle da velocidade do ar e da temperatura de secagem, sem a utilização de solvente no momento da injeção das folhas. Sendo o funcionamento com corrente de ar quente e ventilação forçada, adotando-se a temperatura de entrada para secagem de 300°C, temperatura de saída de 90°C e nas folhas a temperatura atingiu 70°C. A secagem foi realizada rapidamente, permitindo secar em um minuto aproximadamente 2 quilos de folhas, ao final da secagem o teor de umidade das folhas de pitangueira foi igual a 11%.

Após acondicionamento das folhas, as embalagens de polietileno foram automaticamente seladas, em seladora marca UNIMAQ<sup>®</sup>, as embalagens de rafia de polietileno e de kraft<sup>®</sup> foram costuradas (Anexo 2). As folhas contidas nas diferentes embalagens foram empilhadas sob “pallet” de madeira medindo 1,00 X 1,20 m, simulando o sistema de armazenamento utilizado em indústrias de plantas medicinais e aromáticas.

Antes do armazenamento foram realizadas 15 extrações de OE de folhas de pitangueira frescas (testemunhas) contendo 53% de umidade e após a secagem 15 extrações de OE de folhas secas a contendo 11% de umidade sendo as extrações realizadas com a

finalidade de comparação estatística correspondentes aos tratamentos: folhas frescas e folhas secas a 11% (ou período zero de armazenamento).

A temperatura e a umidade do local de armazenamento foram acompanhadas semanalmente durante o período de armazenamento (180 dias), com um termo-higrômetro marca THERMO DIGITAL<sup>®</sup>. A umidade média no período foi entre 72% (máxima) e 59% (mínima) e a temperatura médias de 29° C (máxima) e 19°C (mínima). Os dados de temperatura e umidade externa foram fornecidos pelo SIMEPAR em junho de 2012 (Anexo 3).

A extração do óleo essencial das amostras foi realizada por hidrodestilação em aparelho graduado tipo Clevenger a partir de 100 gramas de folhas frescas e secas com adição de 1000 ml de água destilada em balão volumétrico de 2000 mL durante quatro horas (BIASI & DESCHAMPS, 2009). As amostras foram coletadas com micropipetas de precisão (100 – 1000µL) e centrifugadas por 2 minutos a 50 x 100 rpm. Em seguida, o OE das amostras foi quantificado por micropipeta de precisão. Sendo o cálculo do teor de OE em µL g<sup>-1</sup> de MS, determinado a partir da densidade e da massa seca de 10 g de folhas secas em secador SOLAB SL 100<sup>®</sup>, a 60° C até massa constante. A determinação e quantificação dos constituintes de OE foram realizadas na Embrapa Agroindústria de Alimentos – Rio de Janeiro – RJ. Utilizou-se o equipamento Agilent 7890A, com detector de ionização por chama (FID), operado a 250°C e uma coluna HP5 (30 m de comprimento, 0,25 mm de diâmetro interno e 0,25 µm de espessura de filme), utilizando-se hidrogênio como gás de arraste (1,0 mL min.<sup>-1</sup>). Para cada amostra foi feita injeção de 1,0 µL em injetor aquecido entre 250 - 280°C operando no modo com divisão de fluxo (1:5). A programação de temperatura do forno foi de 60°C a 240°C a uma taxa de aquecimento de 3°C min. Os espectros de massas foram obtidos em um sistema Agilent 5973N acoplado a um cromatógrafo Agilent 6890, empregando a mesma coluna cromatográfica, nas mesmas condições acima, utilizando Hélio como o gás de arraste (1 mL /min.). Utilizou-se ionização eletrônica a 70eV. A fonte de ionização, (70 eV) foi mantida a 220 °C, o analisador (quadropolo) a 150°C e a linha de transferência a 260°C. A taxa de aquisição de dados foi de 3,15 varreduras/s (scans/s), na faixa de 40 a 500 Da.

Os índices de retenção lineares foram calculados a partir dos tempos de retenção dos constituintes dos óleos essenciais e aqueles de uma série homóloga de n-alcenos injetados na mesma coluna e com as mesmas condições de análise acima (VAN DEN DOOL & KRATZ, 1963).

A identificação dos componentes do óleo essencial e seus espectros de massas foram comparados com dados da espectroteca Wiley 6th edition e também por verificação de seus índices de retenção linear com dados da literatura (ADAMS, 2007). Os componentes foram considerados identificados quando tanto o espectro de massas quanto o índice de retenção foram compatíveis com valores publicados. Para a quantificação foram utilizados os valores de área normalizada, expressos em porcentagem.

A avaliação da cor das amostras de folhas frescas, secas e armazenadas foi realizada em triplicata por leitura direta de reflectância das coordenadas  $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$ , empregando a escala CIELAB em colorímetro portátil, seguindo as recomendações do fabricante (Chroma meter CR-400, KONICA MINOLTA®). Segundo a escala CIELAB (MORITIZ, 2011), o eixo  $L^*$  serve para quantificar a luminosidade variando de zero (preto) a cem (branco). O eixo  $a^*$  quantifica a variação das cores verde (valores negativos) para o vermelho (valores positivos) e o eixo  $b^*$  indica a variação de azul (valores negativos) para amarelo (valores positivos). Normalmente as coordenadas  $a^*$  e  $b^*$  apresentam variação de (+) 60 à (-) 60.

O delineamento experimental foi inteiramente casualizado em fatorial, comparando três tipos de embalagens (saco de rafia de polietileno ( $70 \text{ g/m}^2$ ), saco de polietileno transparente (10 micras) e saco de kraft® duplo ( $200 \text{ g/m}^2$ ) + saco de polietileno transparente (10 micras) e quatro períodos de armazenamento (0, 60, 120, 180 dias), com cinco repetições. As variâncias dos tratamentos foram testadas quanto à homogeneidade pelo teste de Bartlett e as médias comparadas pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade, com o auxílio do programa estatístico ASSISTAT (SILVA & AZEVEDO, 2006).

## 4.3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 4.3.1 Teor de óleo essencial

Os resultados demonstraram que não houve diferença significativa entre teor de óleo essencial de folhas frescas ( $2,40 \mu\text{L. g}^{-1}$ . MS) e secas ( $2,60 \mu\text{L. g}^{-1}$ . MS). Segundo CORRÊA JUNIOR *et al.* (2006), a secagem evita a fermentação e estabiliza os princípios ativos, facilita o transporte e armazenamento de plantas medicinais e aromáticas. Como o teor de OE foi mantido nas folhas após a secagem, a adoção desta tecnologia poderá resultar em benefícios à produção desta matéria-prima.

Na pitangueira, o óleo essencial encontra-se armazenado em estruturas internas (canais oleíferos), no parênquima paliçádico e a secagem facilita o rompimento destes canais com liberação de óleo essencial. Em outras espécies, que possuem estruturas externas (tricomos glandulares) para armazenamento de OE, a secagem pode não ser aconselhável pois geralmente ocorre volatilização dos compostos e resulta na diminuição do teor de óleo essencial, como verificado em *Tanaecium nocturnum* (vic), pertencente a família *Bignoniaceae* (PIMENTEL *et al.*, 2008).

Neste estudo, comparando folhas frescas (53% de umidade) com folhas secas armazenadas (11% de umidade) após 60 dias de armazenamento observou-se diminuição em 32% do teor de óleo essencial, após 120 dias 41% e após 180 dias a redução foi de 76%. (Tabela 3).

Quando comparadas as médias dos teores de óleo essencial das amostras armazenadas em diferentes períodos e embalagens, não houve interação significativa entre os fatores, apenas os períodos de armazenamento afetaram o teor de OE. Houve diminuição significativa no teor de OE ao longo do armazenamento, sendo que após 180 dias de armazenamento o teor de OE foi reduzido em aproximadamente 80% (Figura 8). Em relação ao teor médio de folhas secas a 11% comparadas com folhas secas armazenadas os resultados obtidos demonstram decréscimo em 37% após 60 dias de armazenamento, após 120 dias de armazenamento observou-se diminuição em 45% e após 180 dias redução de 78% (Tabela 3).

**TABELA 3:** Relação entre o teor médio de óleo essencial de folhas de pitangueira secas armazenadas, comparado com folhas de pitangueira frescas e secas a 11% de umidade.

<b>Período de armazenamento (dias)</b>	<b>Relação entre teor de OE de folhas frescas e secas armazenadas</b>	<b>Relação entre teor de OE de folhas secas 11% de umidade e folhas secas armazenadas</b>
<b>0</b>	1,08 a	—
<b>60</b>	0,68 b	0,63 a
<b>120</b>	0,59 b	0,54 a
<b>180</b>	0,24 c	0,22 b
<b>CV(%)</b>	23,78	31,64

CV(%) - Coeficiente de Variação

Médias com mesmas letras minúsculas nas colunas não diferem estatisticamente pelo Teste de Tukey a 5% de probabilidade.

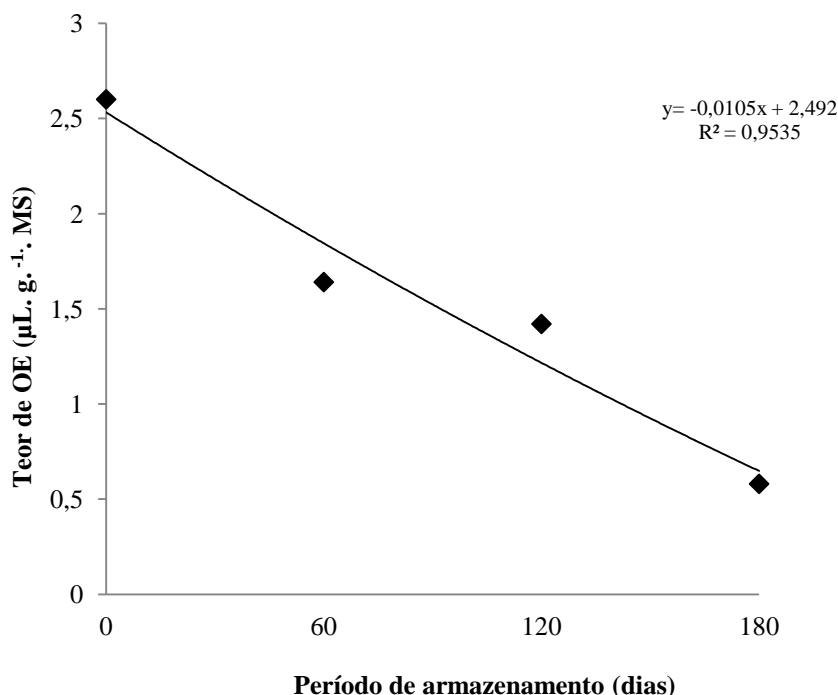
Estes resultados concordam com estudos de MARTINAZZO (2006), avaliando embalagens (polietileno + 2 embalagens de kraft<sup>®</sup>, apenas polietileno e 2 embalagens de

kraft<sup>®</sup> envolto em polietileno) e períodos de armazenamento (0, 2, 4, 6, 8, 10 e 12 meses) para *Cymbopogon citratus* (capim-limão) que não observou efeito do tipo de embalagem no teor de óleo essencial, entretanto o armazenamento por 8 meses diminuiu o teor de OE.

Resultados semelhantes também foram observados por ARABHOSSEINI *et al.* (2007) em *Artemisia dracunculoides* L. (estragão), houve redução em 50% no teor de óleo essencial após 30 dias de armazenamento em garrafas de vidro acondicionadas em caixas de papelão. Concordando ainda com resultados obtidos por COSTA *et al.* (2009), quando avaliaram o teor de OE de *Ocimum selloi* Benth (atroveram), após o armazenamento por 0, 3, 6, 9 e 12 meses, em embalagens de polipropileno lacrados e armazenados em local seco e escuro. Após o terceiro mês de armazenamento observou-se redução de 50% no teor de OE.

Embora as diferentes embalagens não tenham interferido no teor de óleo essencial, a análise de regressão a partir do modelo polinomial indica que há variação teor de acordo com o período de armazenamento, com redução significativa de 37% após o período de 60 dias (Figura 8). O armazenamento pode ocasionar a volatilização e/ou a degradação dos compostos voláteis e com isso há redução no teor de óleo essencial. Alterações químicas ocorrem principalmente pelas reações de oxidação, neste processo os constituintes insaturados são mais facilmente oxidáveis que os saturados (SIMÕES *et al.*, 2007). Além disso, alterações químicas dos terpenos podem ocorrer através de isomerização, redução e conjugação dos compostos químicos (GERSHENZON, 1994).

Desta maneira, para obtenção de maiores teores de óleo essencial de pitangueira, não é aconselhável o armazenamento das folhas por período igual ou superior a 60 dias.



**FIGURA 8:** Teor de óleo essencial de folhas de pitangueira secas e armazenadas em diferentes períodos. Curitiba - PR, 2012.

Vários estudos com espécies aromáticas têm demonstrado diminuição nos teores de OE durante o armazenamento. Em *Ocimum selloi* Benth (atroveram), após 1 ano de armazenamento em local seco e escuro em embalagens de polipropileno lacrados houve redução de 87,5% do teor de óleo essencial (COSTA *et al.*, 2009). Em alecrim, independente da embalagem utilizada (papel kraft<sup>®</sup> duplo, polietileno e papel kraft<sup>®</sup> duplo + polietileno), o período de armazenamento resultou em diminuição do teor de OE com perdas entre 5 a 7% após 18 meses de armazenamento (BLANCO, 2001). Plantas de *Baccharis trimera* (carqueja) seca, fragmentada e armazenada em vidros cobertos com papel alumínio não apresentaram redução do teor de OE após 12 meses, sendo apenas observada quando foi moída e armazenada (SILVA *et al.*, 2010).

Futuros estudos testando períodos inferiores a 60 dias poderão verificar por quanto tempo é possível armazenar folhas de pitangueira conservando o teor de OE.

#### 4.3.2 Composição do óleo essencial

A análise dos constituintes das amostras de folhas de pitangueira frescas e secas a 11%, identificou a presença de sesquiterpenos, como rosifoliol + trans beta elemenona (31,9%



- 34,3%), germacreno B (13% - 16 %) e germacrona (5,9% - 7,7%). Para folhas de pitangueira armazenadas os constituintes majoritários foram germacrona (6,2% - 21,3%), germacreno B (12,9% - 16,4%) e espatulenol (2,8% - 9,2%) (Figura 8). Altas percentagens de germacrona e germacreno B, também foram encontrados por COSTA *et al.* (2010), avaliando OE de folhas de pitangueira, classificando este quimiotipo como grupo I sendo os frutos vermelho-escuro, roxo ou amarelo. As plantas avaliadas neste estudo apresentam frutos vermelho-escuro, sendo semelhante ao resultado relatado.

Os resultados indicam que após a secagem, ocorreu aumento nos teores de germacreno B, germacrona, alfa elemeno, beta-elemeno, selina 3,7 (11) diene e germacreno D (Tabela 4). Quando há elevação de temperatura, os compostos químicos podem rearranjar suas moléculas, pelos processos de isomerização ou conjugação (GERSHENZON, 1994), o que pode ocasionar elevação dos teores destes compostos. O aumento nos teores de germacreno B e germacreno D após a secagem também foram observados por SHANJANI *et al.* (2010) no óleo essencial da parte aérea de *Juniperus excelsa* (zimbros).

Por outro lado, os teores de globulol, alfa cadinol, viridiflorol e maaliol+palustrol diminuíram após a secagem (Tabela 4). Isto se deve possivelmente porque o aumento de temperatura pode também rearranjar as moléculas pelo processo de oxidação (SELAMMI *et al.*, 2011).

Os resultados das análises indicam que as folhas de pitangueira estão sujeitas a variações dos teores de seus constituintes de acordo com o período armazenado (Tabela 4).

O constituinte majoritário rosifoliol + trans-beta-elemenona, que estava presente em percentagem superior a 30% em folhas frescas e secas, não foi observado nas amostras de óleo essencial após o armazenamento nas diferentes embalagens. Como a porcentagem de constituintes identificados foi inferior nas amostras armazenadas, é possível que este constituinte tenha volatilizado ou degradado através de oxidação nas diferentes embalagens (GERSHENZON, 1994). Os teores de germacreno B, por sua vez, mantiveram-se praticamente constantes.

Os resultados mostram que os teores de allo-aromadendreno e selina 3,7 (11) diene foram mantidos até 180 dias nas embalagens de rafia de polietileno e de kraft<sup>®</sup> duplo + polietileno transparente. Entretanto, os mesmos compostos não estavam presentes no óleo essencial de folhas acondicionadas em embalagens de polietileno transparente. Os teores de selin-11-en-4-alfa-ol foram observados até 120 dias de armazenamento independente da

embalagem utilizada. Após 180 dias, não foi constatada a presença deste composto em nenhuma das embalagens utilizadas.

O período de 180 dias de armazenamento elevou os níveis de espatulenol em todas as embalagens utilizadas. Este resultado assemelha-se aos relatados por COSTA *et al.* (2009), quando testaram armazenamento para o *Ocimum selloi* Benth e verificaram a ocorrência do aumento dos teores de espatulenol em maiores períodos de armazenamento. A elevação de espatulenol foi também constatada em estudo realizado com *Baccharis trimera* (carqueja) armazenada em vidro coberto com papel alumínio durante 12 meses (SILVA *et al.*, 2010). A elevação deste composto pode estar associada ao processo de isomerização (GERSHENZON, 1994) ou de oxidação de outros compostos onde moléculas de produtos primários presentes nos óleos essenciais são rearranjadas (SELAMMI *et al.*, 2011).

Alguns compostos foram mais estáveis durante o período de armazenamento (beta elemeno, gama elemeno, beta selineno, e germacreno B), sendo que foram identificados até 180 dias em todas as amostras independente do tipo de embalagem utilizada (Tabela 4).

O armazenamento também modificou os teores de germacrona, sendo superior nas amostras de óleos essenciais provenientes das embalagens de polietileno e de kraft<sup>®</sup> + polietileno, na embalagem de rafia de polietileno, o teor se manteve aos 60 e 180 dias de armazenamento, no entanto, aos 120 dias não foi constatado, provavelmente a molécula deste composto estava em processo de transformação química. Por outro lado, os teores de globulol diminuíram em todas as embalagens durante o período de armazenamento, por este composto ser um sesquiterpeno e ser suscetível a processos de oxidação e volatilização (GERSHENZON, 1994).

As folhas armazenadas em embalagens de polietileno transparente não mantiveram os teores de germacreno D no óleo essencial das folhas armazenadas em embalagens de rafia de polietileno e kraft<sup>®</sup> + polietileno. A incidência direta da luz sobre a embalagem de polietileno transparente pode ter facilitado a oxidação do germacreno D. Segundo RAMALHO & JORGE (2006), para evitar a fotoxidação de óleos essenciais é necessário diminuir níveis de luz e de temperatura, responsáveis pelas reações de degradação a oxidação dos lipídios. Os radicais livres formam novos compostos devido à retirada de um carbono alílico na molécula do ácido graxo e com a ação do oxigênio atmosférico, são originados produtos primários de oxidação (peróxidos e hidroperóxidos). Estes por sua vez atuam na degradação dos constituintes.

Composto	IR médio	Fresco	Seco	Ráfia			Média Ráfia	Plástico			Média Plástico	Kraft+plástico			Média Kraft+Plástico
				60	120	180		60	120	180		60	120	180	
rosifoliol+trans-beta-elemenona	1595	34,3	31,9	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
germacreno B	1556	13	16	14,10	15,90	14,60	14,9	15,3	16,4	14,9	15,5	16,4	15	12,9	14,8
germacrona	1694	5,9	7,7	11	0	10,9	7,3	6,2	0	21,3	9,2	7,2	0	16,5	7,9
espatulenol	1579	1,1	0,9	2,9	5,1	8,2	5,4	2,8	5,8	9,2	5,9	3,2	5,2	7,1	5,2
selin-11-en-4-alfa-ol	1661	-	-	3,9	6,8	_0	5,4	4	5	0	3,0	3,9	3,8	-	3,9
globulol	1584	4,7	2,9	4,1	5,4	2,8	4,1	4,8	5,4	3,9	4,7	4,8	3,9	3,3	4,0
viridifloreno + curzereno + biciclogermacreno	1494	-	-	3,9	0	0	1,3	3,7	0	0	1,2	4,2	0	0	1,4
viridifloreno + biciclogermacreno + metil-eugenol	1491	3,4	4,1	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
--gama-elemeno	1428	-	-	2,9	3	2,1	2,7	3,2	3,1	2,7	3,0	3,9	2,5	2,3	2,9
alfa -cadinol	1651	3,7	2,7	0,0	0,0	2,5	0,8	0	0	3,3	1,1	0	0	2,8	0,9
beta-selineno	1484	-	-	1,6	3,2	2,2	2,7	1,4	3,6	2,3	2,4	1,7	3,1	1,7	2,2
viridiflorol + n.i.	1585	2,5	1,5	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
alfa-elemeno	1431	1,2	2,5	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
maaliol + palustrol	1565	1,4	1	1,4	0	0	0,5	1,6	0	0	0,5	-	-	-	-
beta-elemeno	1391	1,1	1,8	1,8	2,3	1,7	1,9	1,8	2,1	1,9	1,9	2,4	1,7	1,7	1,9
selina-3,7(11)-diene	1540	0,5	1	2,1	0	1,4	1,2	1,8	2,4	0	1,4	2,2	2,1	1,3	1,9
allo-aromadendreno	1459	0,7	0,8	1,1	0	1,5	0,9	1,1	1,4	0	0,8	1,3	1,3	1,2	1,3
germacreno D	1479	0,6	1,3	0,8	0,0	1,1	0,6	-	-	-	-	0	0	1,3	0,4
delta-cadineno	1520	0,6	1	0	0	1,2	0,4	-	-	-	-	0	0	1,1	0,4
trans-calameneno + delta-cadineno	1524	-	-	1,1	0	0	0,4	-	-	-	-	0	1,2	0	0,4
germacreno A	1498	0,6	0,7	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
<b>Outros identificados</b>		1,5	2,3	-	-	0,7	-	-	-	-	-	-	-	1,7	
% Total identificados		75,1	77,6	52,8	41,7	50,2		47,7	45,2	59,5		51,2	39,8	53,2	
% Não identificados		23,4	20	47,3	58,3	49,1		52,3	54,8	40,5		48,8	60,2	45,1	
<b>% Total</b>		<b>100</b>	<b>100</b>	<b>100</b>	<b>100</b>	<b>100</b>		<b>100</b>	<b>100</b>	<b>100</b>		<b>100</b>	<b>100</b>	<b>100</b>	

n.i\*= não identificado.

**TABELA 4:** Constituintes do OE de folhas de pitangueira frescas, secas e armazenadas em diferentes condições. Curitiba-PR, 2012.

#### 4.3.3 Coloração das folhas

Os dados demonstraram que a secagem alterou a coloração das folhas frescas de pitangueira para as coordenadas  $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$  (Tabela 5). Após a secagem, as folhas tornaram-se mais claras e amareladas e com diminuição da coloração verde. A perda da coloração verde esta associada à degradação da clorofila, sendo que vários estudos com orégano (DI CESARE *et al.*, 2004) e erva-mate (CABRAL & MALHEIROS, 2010) associam a perda da clorofila com a variação na coordenada  $b^*$ , esta coordenada varia do azul ao amarelo, ou seja, com o aumento de temperatura ocorreu elevação dos valores indicando o amarelecimento das folhas.

**TABELA 5:** Valores médios das coordenadas  $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$  em folhas de *E. uniflora* L., frescas e secas a 11% de umidade.

	$L^*$	$a^*$	$b^*$
<b>Fresco</b>	34,26 b	- 8,83 b	10,41 b
<b>Seco</b>	43,87 a	1,44 a	20,28 a
<b>CV%</b>	10,25	0,92	15,59

CV (%) - Coeficiente de Variação

Médias com mesmas letras minúsculas nas colunas não diferem estatisticamente pelo Teste de Tukey a 5% de probabilidade.

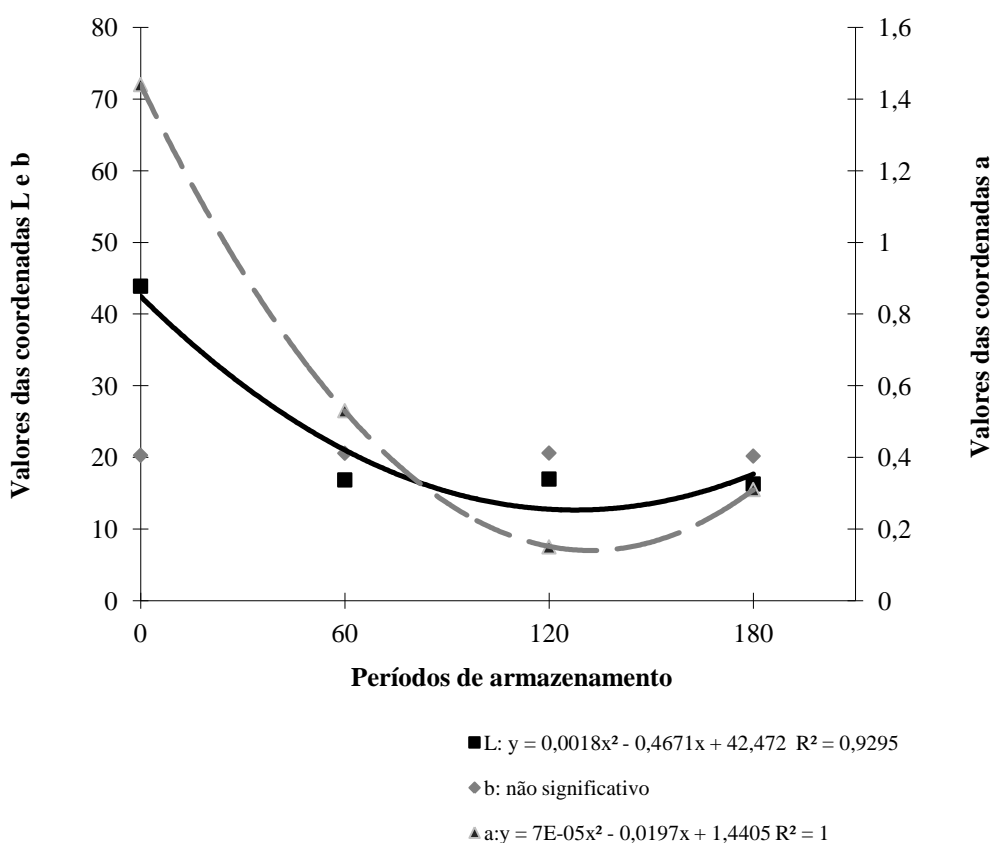
Durante o armazenamento a análise da coordenada  $L^*$ , independente da embalagem, mostrou que houve mudança de coloração em período de 60 dias. Ocorreu o escurecimento das folhas, sendo esta coloração mantida até 180 dias (Figura 9). Estes resultados estão de acordo com os relatados por MARTINAZZO *et al.* (2008), avaliando a coloração das folhas de *Cymbopogon citratus* (capim-limão) em diferentes embalagens (polietileno envolto em 2 embalagens de kraft<sup>®</sup>, apenas polietileno e 2 embalagens de kraft<sup>®</sup> envolto em polietileno) e períodos de armazenamento (0, 2, 4, 6, 8, 10 e 12 meses) onde após 2 meses de armazenamento houve um decréscimo nos valores da coordenada  $L^*$ .

Os resultados obtidos para o eixo  $a^*$  indicam que os valores tornaram-se positivos, ou seja, após a secagem a coloração verde diminui, sendo que o eixo  $a^*$  varia de verde a vermelho (Tabela 5). Durante o armazenamento de 60 dias houve diferenças significativas nesta variável e após este período a mesma coloração se manteve até 180 dias (Figura 9).

Com o armazenamento as folhas mudaram de coloração, a tonalidade diminuiu e as folhas tornaram-se amareladas. As alterações na coloração das folhas possivelmente ocorrem devido à degradação da clorofila (CABRAL & MALHEIROS, 2010) ou também

devido ao escurecimento com atuação das enzimas polifenoloxidasas e peroxidases (CELESTINO, 2010). A manutenção da coloração após 60 dias ocorreu possivelmente pela inibição da atividade da polifenoloxidase, pela ausência de radicais livres as trocas gasosas foram interrompidas com a paralisação da atividade enzimática, resultando na estabilidade da coloração (Figura 9).

A análise de variância para a coordenada  $b^*$  foi significativa para folhas frescas e secas. Entretanto durante o armazenamento não apresentou diferença significativa (Figura 9). Após a secagem, os valores da coordenada  $b^*$  aumentaram indicando o amarelecimento das folhas de pitangueira com degradação da clorofila (Tabela 5). Porém, a tonalidade adquirida após a secagem não sofreu alterações durante o armazenamento por 180 dias. Provavelmente devido ao empilhamento das embalagens em “pallet”, a incidência de luz nas diferentes embalagens esteve nas mesmas condições luminosidade, não interferindo na coloração.



**FIGURA 9:** Variação da coloração de folhas de pitangueira, coordenadas  $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$  armazenadas em diferentes períodos.

O tipo de embalagem não interferiu na coloração de folhas secas de pitangueira armazenadas para as coordenadas  $L^*$ ,  $a^*$  e  $b^*$  durante 180 dias, apenas os períodos de

armazenamento, não foi verificada interação significativa entre os fatores teor de OE e embalagens. Semelhança com a observação de MARTINAZZO *et al.* (2008), que não obteve diferença significativa para coloração de folhas secas de *Cymbopogon citratus* até 240 dias de armazenamento em polietileno envolto em 2 embalagens de kraft<sup>®</sup>, apenas polietileno e 2 embalagens de kraft<sup>®</sup> envolto em polietileno.

#### 4.4 CONCLUSÕES

O armazenamento por período igual ou superior a 60 dias modifica a composição e reduz os teores de OE, além disso, interfere na mudança da coloração de folhas secas de pitangueira a 11% de umidade.

Há perda da coloração verde nos primeiros 60 dias com escurecimento das folhas. Observa-se ainda redução nos teores de óleos essenciais, sendo que após 60 dias há redução em 37% , após 120 dias em 45% e após 180 dias em 78% .

A análise de variância indicou que os tipos de embalagens não interferiram no teor de OE e nem na coloração de folhas secas de pitangueira armazenadas durante 180 dias.

A secagem a 11% em secador a gás com sistema de funcionamento “Spray dryer”, possibilita a conservação dos princípios ativos de folhas de pitangueira, podendo ser adotada como técnica de pós-colheita com a finalidade de obtenção de OE.

A análise de composição do OE de folhas de pitangueira armazenadas por 180 dias indica que se houver necessidade de armazenamento, as embalagens de rafia e/ou kraf<sup>®</sup> duplo + polietileno transparente devem ser adotadas. Quando as folhas foram armazenadas em polietileno alguns compostos mostraram-se suscetíveis a degradação.

## REFERÊNCIAS

ADAMS, R. P. **Identification of Essential Oil Components by Gas Chromatography / Mass Spectrometry**. New York: Allured Publishing. p. 804, 2007.

ARABHOSSEINI, A; HUISMAN, W; BOXTEL, A. B; MÜLLER, J - Long-term effects of drying conditions on the essential oil and color of tarragon leaves during storage. **Journal of Food Engineering**. USA. v. 79, p. 561 - 566, 2007.

BIASI, L.A; DECHAMPS, C. **Plantas Aromáticas. do Cultivo à Produção de Óleo Essencial**. Ed. Layer Graf. Curitiba. p. 7 - 32, 2009.

BLANCO, M. C. S. G. **Preparado biodinâmico, épocas de colheita, temperaturas de secagem, tempo de armazenamento e tipos de embalagem na produção e conservação de alecrim (*Rosmarinus officinalis* L.)**.M.M. p. 52 - 54. Botucatu-SP. Tese. (Doutorado em Agronomia) Faculdade de Ciências Agronômicas da UNESP, 2001.

CABRAL - MALHEIROS, G; HECTHEUER, L. H. R; CANTOL, M. W; BALSAMO, G. M. O tempo e o tipo de embalagem sobre a erva-mate tipo chimarrão durante armazenagem em condições ambientais. **Ciência Rural**. Santa Maria-RS. v. 40. n. 3, p.654 - 660, 2010.

CELESTINO, S.M.C. **Princípios de Secagem de Alimentos**. Documentos 276. Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária. Embrapa Cerrados. Ministério de Agricultura, Pesca e Abastecimento. ISSN - on line – 2176 5081. Planaltina-DF. 36 p, 2010.

CORRÊA Jr. C, GRAÇA, L.R; SCHEFFER, M.C. **Complexo Agroindustrial das Plantas Medicinais, Aromáticas e Condimentares no Estado do Paraná – Diagnósticos e Perspectivas**. EMATER-PR, Curitiba-PR. EMBRAPA FLORESTAS. Colombo-PR. p. 9 - 10, 2004.

COSTA, D.P; FILHO, E.G.A; SILVA, L.M.A; SANTOS, S.C; PASSOS, X.S; SILVA, M.R.R; SERAPHIN, J.C; FERRI, P.H. Influence of Fruit Biotypes on the Chemical Composition and Antifungal Activity of the Essential Oils of *Eugenia uniflora* Leaves. **Journal Brazilian Chemical Society**. Campinas-SP. v. 21. n. 5, p. 851 - 858, 2010.

COSTA, L.C.B; PINTO, J.E.B.P; BERTOLUCCI, S.K.V; ALVES,P.B.; EVANGELINO,T.S - Variação no rendimento e composição química do óleo essencial de folhas de atroveran (*Ocimum selloi* Benth.) inteiras e moídas sob condições de armazenamento. **Revista Brasileira de Plantas Medicinai**s. Botucatu-SP. v. 11. n. 1, p. 43 - 48, 2009.

DI CESARE, L.F; FORNI, E; VISCARDI, D; NANI, R.C . Influenza delle tecniche di essiccamento sul contenuto in sostanze fenoliche volatili, pigmenti clorofillici e colore dell'origano (*Origanum vulgare* l. ssp. *prismaticum gaudin*). **Italian Journal Food of Science**. Italy. v. 16, p. 165 - 175, 2004.

GALLUCCI, S; PLACERES-NETO.A; PORTO, C; BARNIZAN, D. COSTA, I; MARQUES, K; BENEVIDES, P; FIGUEIREDO, R. Essential Oil of *Eugenia uniflora* L.: an Industrial Perfumery Approach. **Journal of Essential Oil Research**. Italy. v. 22, p. 176 - 179, 2010.

GERSHENZON, J. Metabolic costs of terpenoid accumulation in higher plants. **Journal of Chemical Ecology**. Washington. v. 20. n. 6, p. 1281 - 1328, 1994.

LORENZI, H; MATOS, F. J. A. **Plantas medicinais no Brasil nativas e exóticas**. 2ª. Ed. Instituto Plantarum. Nova Odessa-SP. p. 11 - 25; p. 387 - 388, 2008.

MALAMAN, F.S; MORAES, L.A.B; WEST, C; FERREIRA, N.J; OLIVEIRA, A.L. Supercritical fluid extracts from the Brazilian cherry (*Eugenia uniflora* L.):Relationship between the extracted compounds and the characteristic flavour intensity of the fruit **Food Chemistry**. California. v. 124, p. 85 - 92, 2011.

MARTINAZZO, A.P. **Secagem, armazenamento e qualidade de folhas de *Cymbopogon citratus* (D.C.) Stapf**. p.101. Viçosa. Tese (Doutorado em Engenharia Agrícola) – Universidade Federal de Viçosa, Minas Gerais, 2006.

MARTINAZZO, A.P; CORRÊA, P.C; MELO, E.C; CARNEIRO, A.P.S. Avaliação colorimétrica de folhas secas de *Cymbopogon citratus* (D.C.) Stapf durante o armazenamento em diferentes embalagens. **Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais**. Campina Grande, v.10., n. 2, p.131 - 140, 2008.

MORITIZ, A.R. **Existe cor em nossas vidas – A colorimetria aplicada em nossos dias**.1ª ed. Braseq. Campo Limpo Paulista - SP. p. 11 - 12; p. 150 - 151, 2011.

PIMENTEL, F.A; CARDOSO, M.G; ANDRADE, M.A; ZACARONI, L.M; GUIMARÃES, L. G. L; SALGADO, A. P. S. P; FREIRE, J; MUNIZ, F. R; MORAIS, A. R. Influência da temperatura de secagem sobre o rendimento e a composição química do óleo essencial de *Tanaecium nocturnum* (Barb. Rodr.). Bur. & K. Shum. **Química Nova**. São Carlos-SP. v. 31. n. 3, p. 523 - 526, 2008.

RAMALHO, V.C; JORGE, N. Antioxidantes utilizados em óleos, gorduras e alimentos gordurosos. **Química Nova**. v. 29. n. 4, p. 755 - 760, 2006.



SELAMMI,I.H; WANNES, W.A; BETTAIEB, I; BERRIMA, S; CHAHED, T; MARZOUK, B; LIMAM, F. Qualitative and quantitative changes in the essential oil of *Laurus nobilis* L. leaves as affected by different drying methods. **Food Chemistry**. California. v. 126, p. 691 - 697, 2011.

SHANJANI, P.S; MIRZA, M; CALAGARIA, M; ADAMS, R.P. Effects drying and harvest season on the essential oil composition from foliage and berries of *Juniperus excelsa* **Industrial Crops and Products**. France. v. 32, p. 83 - 87, 2010.

SILVA, F. de A. S.; AZEVEDO, C. A. V. de. A new version of the assistat statistical assistance software. In: World Congress on Computers in Agriculture, 4. Orlando-FL-USA: Anais. **American Society of Agricultural Engineers**. Orlando. p. 393 - 396, 2006.

SILVA,F.G; NASCIMENTO, V.E; PINTO, J.E.B.P;OLIVEIRA, C.B.A; SANTOS, M.R; FERRI, P.H. Influência do processamento pós-colheita e armazenamento na composição química da droga vegetal e do óleo essencial de carqueja (*Baccharis trimera* (Less.) DC.). **Revista Brasileira de Plantas Mediciniais**. Botucatu-SP. v. 12. n. 4, p. 436 - 442, 2010.

SIMÕES, C. M. O.; SPITZER, V. Óleos voláteis. **Farmacognosia: da planta ao medicamento**. 6ª. Ed. Porto Alegre: Universidade/UFRGS. p. 404 - 492, 2007.

VAN DEN DOOL, H.; KRATZ, P. D. A generalisation of retention index system including linear temperature programmed gas-liquid chromatography. **Journal of Chromatography**. Canada. v. 11, p. 463 - 471, 1963.

## 5 CONSIDERAÇÕES GERAIS

Há poucas pesquisas que tratam de técnicas de pós-colheita para obtenção de óleo essencial de plantas aromáticas, especificamente em relação à pitangueira até o momento não há recomendação técnica para secagem das folhas, bem como sobre tipos de embalagens e período de armazenamento que resultem em melhor produção de óleo essencial.

Novos estudos, avaliando o teor e a composição do OE em outras épocas do ano e períodos de armazenamento inferior a 60 dias são necessários. Estes estudos poderão esclarecer por quanto tempo será possível o armazenamento de folhas de pitangueira, com a preservação do seu óleo essencial e de seus constituintes.

Estudos com plantas que apresentem frutos de mesma coloração, comparando colheita das folhas em diferentes épocas do ano, estágio vegetativo dos ramos e parte superior ou inferior da planta são interessantes. Estes estudos poderão indicar a composição do óleo essencial de pitangueira proveniente de uma determinada localidade.

Para manter a composição de folhas secas de pitangueira, recomenda-se o armazenamento preferencialmente em embalagens de rafia de polietileno ou de kraft® duplo + plástico para manutenção dos constituintes por até 180 dias. Alguns constituintes do OE não foram mantidos quando as folhas de pitangueira foram armazenadas em embalagens de polietileno.

## APÊNDICES

**APÊNDICE 1:** Análise de variância do teor de óleo essencial de folhas de pitangueira em diferentes métodos e períodos de secagem. Curitiba-PR, 2012.

Fonte de Variação	Graus de Liberdade	Soma dos Quadrados	Quadrado Médio	F Observado
Fator 1 (F1)	2	3,27964	1,63982	5,1829*
Fator 2 (F2)	5	2,80800	0,56160	1,7750 ns
Int. F1xF2	10	26,63040	2,66304	8,4169**
Tratamentos	17	32,71804	1,92459	6,0830**
Resíduo	36	11,39005	0,31639	
Total	53	44,10809		
<b>CV%</b>	23,55			

CV (%) - Coeficiente de variação em porcentagem

\*\* significativo ao nível de 1% de probabilidade ( $p < .01$ )

\* significativo ao nível de 5% de probabilidade ( $.01 \leq p < .05$ )

ns não significativo ( $p \geq .05$ ).

**APÊNDICE 2:** Análise de variância do teor ( $\mu\text{L. g}^{-1}$ . MS) de óleo essencial das folhas de *E. uniflora* L. frescas e secas a 11% de umidade. Curitiba-PR, 2012.

Fonte de Variação	Graus de Liberdade	Soma dos Quadrados	Quadrado Médio	F Observado
Tratamentos	1	0,28209	0,28209	1,9715 ns
Resíduo	28	4,00646	0,14309	
Total	29	4,28856		
<b>CV%</b>	15,12			

CV (%) - Coeficiente de variação em porcentagem

ns - não significativo pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade

**APÊNDICE 3:** Análise de variância do teor de óleo essencial ( $\mu\text{L. g}^{-1}$ . MS) de óleo essencial das folhas de *E. uniflora* L. secas e armazenadas em diferentes períodos e embalagens. Curitiba-PR, 2012.

Fonte de Variação	Graus de Liberdade	Soma dos Quadrados	Quadrado Médio	F Observado
Fator 1 (F1)	3	31,05323	10,35108	75,4564**
Fator 2 (F2)	2	0,16147	0,08073	0,5885 ns
Int.F1xF2	6	0,49214	0,82202	0,5979 ns
Tratamentos	11	31,70684	2,88244	21,0122**
Resíduo	48	6,58462	0,13718	
Total	59	38,29146		
<b>CV%</b>	23,78			

CV (%) - Coeficiente de variação em porcentagem

\*\* significativo ao nível de 1% de probabilidade ( $p < .01$ )

\* significativo ao nível de 5% de probabilidade ( $.01 \leq p < .05$ )

ns não significativo ( $p \geq .05$ )

**APÊNDICE 4:** Análise de variância do teor médio ( $\mu\text{L. g}^{-1}$ . MS) de óleo essencial das folhas de *E. uniflora* L. frescas comparado com folhas secas e armazenadas. Curitiba-PR, 2012.

Fonte de Variação	Graus de Liberdade	Soma dos Quadrados	Quadrado Médio	F Observado
Fator 1 (F1)	3	5,39119	1,79706	75,4564**
Fator 2 (F2)	2	0,02803	0,01402	0,5885 ns
Int.F1xF2	6	0,08544	0,01424	0,5979 ns
Tratamentos	11	5,50466	0,50042	21,0122**
Resíduo	48	1,14316	0,02382	
Total	59	6,64782		
<b>CV%</b>	23,78			

CV (%) - Coeficiente de variação em porcentagem

\*\* significativo ao nível de 1% de probabilidade ( $p < .01$ )

\* significativo ao nível de 5% de probabilidade ( $.01 \leq p < .05$ )

ns não significativo ( $p \geq .05$ )

**APÊNDICE 5:** Análise de variância do teor médio ( $\mu\text{L. g}^{-1}$ . MS) de óleo essencial das folhas de *E. uniflora* L. secas a 11% comparado com folhas secas armazenadas. Curitiba-PR, 2012.

Fonte de Variação	Graus de Liberdade	Soma dos Quadrados	Quadrado Médio	F Observado
Fator 1 (F1)	2	1,38998	0,69499	32,0203**
Fator 2 (F2)	2	0,03129	0,01564	0,7208 ns
Int. F1xF2	4	0,03615	0,00904	0,4164 ns
Tratamentos	8	1,45741	0,18218	8,3935**
Resíduo	36	0,78137	0,02170	
Total	44	2,23878		
<b>CV%</b>	31,64			

CV (%) - Coeficiente de variação em porcentagem

\*\* significativo ao nível de 1% de probabilidade ( $p < .01$ )

\* significativo ao nível de 5% de probabilidade ( $.01 \leq p < .05$ )

ns não significativo ( $p \geq .05$ )

**APÊNDICE 6:** Análise de variância da coordenada **L\*** de folhas de *E. uniflora* L. frescas e secas a 11% de umidade. Curitiba-PR, 2012.

Fonte de Variação	Graus de Liberdade	Soma dos Quadrados	Quadrado Médio	F Observado
Tratamentos	1	693.40976	693.40976	43.2331**
Resíduo	28	449.08866	16.03888	
Total	29	1142.49842		
<b>CV%</b>	10,25			

CV (%) - Coeficiente de variação em porcentagem

ns - não significativo pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade

**APÊNDICE 7:** Análise de variância da coordenada **a\*** de folhas de *E. uniflora* L. frescas e secas a 11% de umidade. Curitiba-PR, 2012.

Fonte de Variação	Graus de Liberdade	Soma dos Quadrados	Quadrado Médio	F Observado
Tratamentos	1	790.43067	790.43067	1010.3941**
Resíduo	28	21.90438	0.78230	
Total	29	812.33505		
<b>CV%</b>	0,92			

CV (%) - Coeficiente de variação em porcentagem

\*\* significativo ao nível de 1% de probabilidade ( $p < .01$ )

\* significativo ao nível de 5% de probabilidade ( $.01 \leq p < .05$ )

ns não significativo ( $p \geq .05$ )

**APÊNDICE 8:** Análise de variância da coordenada **b\*** de folhas de *E. uniflora* L. frescas e secas a 11% de umidade. Curitiba-PR, 2012.

Fonte de Variação	Graus de Liberdade	Soma dos Quadrados	Quadrado Médio	F Observado
Tratamentos	1	731.31772	731.31772	127.6986**
Resíduo	28	160.35338	5.72691	
Total	29	891.67110		
<b>CV%</b>	15,59			

CV (%) - Coeficiente de variação em porcentagem

\*\* significativo ao nível de 1% de probabilidade ( $p < .01$ )

\* significativo ao nível de 5% de probabilidade ( $.01 \leq p < .05$ )

ns não significativo ( $p \geq .05$ )

**APÊNDICE 9:** Análise de variância da coordenada **L\*** de folhas de *E. uniflora* L. secas e armazenadas em distintas embalagens e períodos. Curitiba-PR, 2012.

Fonte de Variação	Graus de Liberdade	Soma dos Quadrados	Quadrado Médio	F Observado
Fator 1 (F1)	3	8318.73491	2772.91164	225.9248**
Fator 2 (F2)	2	6.80142	3.40071	0,2771 ns
Int. F1xF2	6	22.09603	3.68267	0,3000 ns
Tratamentos	11	8347.63237	758.87567	61.8299**
Resíduo	48	589.13300	12.27360	
Total	59	8936.76537		
<b>CV%</b>	14.92			

CV (%) - Coeficiente de variação em porcentagem

\*\* significativo ao nível de 1% de probabilidade ( $p < .01$ )

\* significativo ao nível de 5% de probabilidade ( $.01 \leq p < .05$ )

ns não significativo ( $p \geq .05$ )

**APÊNDICE 10:** Análise de variância da coordenada **a\*** de folhas de *E. uniflora* L. secas e armazenadas em distintas embalagens e períodos. Curitiba-PR, 2012.

Fonte de Variação	Graus de Liberdade	Soma dos Quadrados	Quadrado Médio	F Observado
Fator 1 (F1)	3	14.82252	4.94084	13.4664**
Fator 2 (F2)	2	1.87775	0,93888	2,5589 ns
Int. F1xF2	6	1.60657	0,26776	0,7298 ns
Tratamentos	11	18.30684	1.66426	4.5360**
Resíduo	48	17.61130	0,36690	
Total	59	35.91815		
<b>CV%</b>	0,60			

CV (%) - Coeficiente de variação em porcentagem

\*\* significativo ao nível de 1% de probabilidade ( $p < .01$ )

\* significativo ao nível de 5% de probabilidade ( $.01 \leq p < .05$ )

ns não significativo ( $p \geq .05$ )

**APÊNDICE 11:** Análise de variância da coordenada **b\*** de folhas de *E. uniflora* L. secas e armazenadas em distintas embalagens e períodos. Curitiba-PR, 2012.

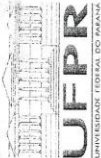
Fonte de Variação	Graus de Liberdade	Soma dos Quadrados	Quadrado Médio	F Observado
Fator 1 (F1)	3	6.25097	2.08366	0.2913 ns
Fator 2 (F2)	2	4.16893	2.08447	0.2914 ns
Int. F1xF2	6	15.80387	2,63398	0.3683 ns
Tratamentos	11	26.22378	2.38398	0,3333 ns
Resíduo	48	343.32636	7.15263	
Total	59	369.55014		
<b>CV%</b>	12,95			

CV (%) - Coeficiente de variação em porcentagem

ns - não significativo pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade

## ANEXOS

**ANEXO 1:** Análise de solo, área de fruticultura, Fazenda Experimental do Canguiri-UFPR, Pinhais-PR, 2012.


 <p><b>UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARANÁ</b>          SETOR DE CIÊNCIAS AGRÁRIAS          DEPARTAMENTO DE SOLOS E          ENGENHARIA AGRÍCOLA</p>	<p>Solicitante: CICERO DECHAMPS          Endereço: FAZENDA CANGUIRI          Cidade: PINHAIS          Estado: PR          Cep: _____</p>	<p>Tel: 350-5687          Data: 19/6/2012</p>
--	--	---

**CERTIFICADO N 14052**

**LAUDO DE ANÁLISE DE SOLO - ROTINA**

Nº LAB	Identificação da Amostra	pH		Al <sup>+3</sup>	H <sup>+</sup> +Al <sup>+3</sup>	Ca <sup>+2</sup>	Mg <sup>+2</sup>	K <sup>+</sup>	SB	T	mg/dm <sup>3</sup>			C	V	m	Ca/Mg
		CaCl <sub>2</sub>	SMP								P	S	%				
63946	FRUTIC. PITANGUEIRA - 0-	4,80	5,60	0,30	6,70	13,30	4,90	0,36	18,56	25,26	4,60	-	23,2	73	2	2,71	
63947	FRUT. PITANGUEIRA - 10-	4,40	5,30	0,80	8,40	11,20	5,10	0,28	16,58	24,98	3,00	-	18,2	66	5	2,20	
63948	CAMOMILA	5,70	6,10	0,00	4,60	12,60	5,00	1,02	18,62	23,22	104,50	-	19,2	80	0	2,52	



Resultados restritos às amostras recebidas. Neste laudo não constam recomendações.

Prof. Antonio C.V. Roldán-Pérez  
 Coord. Lab. de Fertilidade do Solo

Rua dos Funcionários, 1540 - Curitiba, PR - CEP 80035-050 - Fone (041) 350 5673 - E-mail: depsolos@ufpr.br

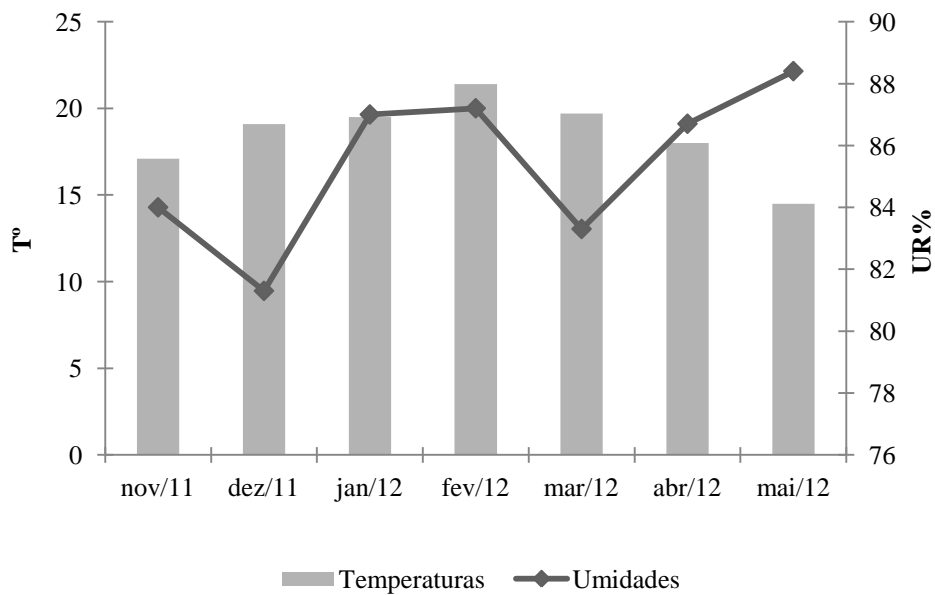
1 de 1



**ANEXO 2:** Seleção das folhas e eliminação dos ramos lenhosos de *Eugenia uniflora* L. (A) seleção e homogeneização; (B) secador; (C) embalagens; (D) amostras embaladas para armazenamento). Pinhais-PR, 2011.



**ANEXO 3:** Temperatura e umidade relativa média - novembro de 2011 a maio de 2012. Fonte: Estação Meteorológica de Pinhais-PR.



**ANEXO 4:** Desenho esquemático do secador Akhenaton<sup>®</sup>. Colombo - PR, 2012.

